МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32518.2— 2013 (ISO 2598-2:1992)

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКСИДА КРЕМНИЯ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

(ISO 2598-2:1992, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») и Техническим комитетом по стандартизации ТК 378 «Руды железные, марганцевые и хромовые» на основе аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14.11.2013 № 44-2013)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3188) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова – Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22.11.2013 № 2044-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32518.2-2013 (ISO 2598-2:1992) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ISO 2598-2:1992 Iron ores – Determination of silicon content – Part 2: Reduced molybdosilicate spectrophotometric method (Руды железные. Определение содержания кремния. Часть 2. Спектрофотометрический метод с применением восстановленного молибдосиликата.

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международных стандартов, на основе которых подготовлен настоящий межгосударственный стандарт и на которые даны ссылки, имеются в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии.

Степень соответствия – модифицированная (MOD).

Ссылки на международные стандарты заменены в разделе «Нормативные ссылки» и в тексте стандарта ссылками на соответствующие межгосударственные стандарты.

6 ВЗАМЕН ГОСТ 23581.15-81 (СТ СЭВ 1225-78) в части раздела 4

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

Определение оксида кремния спектрофотометрическим методом

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets
Determination of silica spectrophotometric method

Дата введения 2015-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на руды железные, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает спектрофотометрический метод определения оксида кремния при массовой доле от 0,2 % до 20%.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.315-97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.049-80 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие эргономические требования

ГОСТ 12.3.002-75 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 83-79 Реактивы. Натрий углекислый безводный. Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3765-78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4173-77 Железо (III) окись «чда»

ГОСТ 4199-76 Реактивы. Натрий тетраборнокислый десятиводный. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328-75 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6563-75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9428-73 Реактивы. Кремний (IV) оксид. Технические условия

ГОСТ 10484-78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10929-76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 15054-80 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения содержания влаги

ГОСТ 20490-75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 22180-76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 23581.0-2013 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Общие требования к методам химического анализа

ГОСТ 23581.1-2013 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Метод определения содержания гигроскопической влаги

ГОСТ 23581.16-81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения окиси кальция и окиси магния

ГОСТ 23581.17-81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения окиси алюминия

ГОСТ 24104—2001[1] Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 29169-81 (ИСО 648-77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой.

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по стандарту [1][2].

4 Общие требования

4.1 Требования безопасности к:

- воздуху рабочей зоны – по ГОСТ 12.1.005;
- электробезопасности – по ГОСТ 12.1.019;
- оборудованию производственному (общие требования) – по ГОСТ 12.2.003;
- оборудованию производственному (эргономические требования) - по ГОСТ 12.2.049;
- производственным процессам – по ГОСТ 12.3.002;
- пожарной безопасности - по ГОСТ 12.1.004;
- вентиляционным системам – по ГОСТ 12.4.021.

4.2 Требования к квалификации исполнителей

К выполнению анализов и (или) обработке результатов допускаются лица прошедшие профессиональную подготовку, владеющие техникой количественного химического анализа и основами его метрологического обеспечения.

5 Сущность метода

Метод основан на образовании желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты при pH 1,0-1,5 с последующим восстановлением ее аскорбиновой кислотой в растворе с молярной концентрацией серной кислоты 0,7 -1,5 моль/дм^3 до получения комплексного соединения, окрашенного в синий цвет, и на фотометрировании окрашенного раствора. Влияние фосфора и мышьяка устраняется повышением концентрации серной кислоты в растворе до 1-1,5 моль/дм^3.

6 Требования к средствам измерений, испытательному и вспомогательному оборудованию, материалам, реактивам и растворам

Для проведения анализа применяют:

---

[1] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53288—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования.

[2] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52361-2005 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

- дистилляторы, обеспечивающие качество дистиллированной воды по ГОСТ 6709;
- печь электрическую муфельную с терморегулятором и температурой нагрева не менее 1100 °С;
- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале длин волн от 600 до 750 нм;
- колбы мерные стеклянные по ГОСТ 1770 вместимостью 100, 200, 250 и 500 $см^3$;
- пипетки по ГОСТ 29169 вместимостью 5, 10 и 20 $см^3$;
- пипетки градуированные по ГОСТ 29227 вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104 (высокого (II) класса точности) или другого типа, с погрешностью взвешивания не более ± 0,0002 г;
- колбы мерные стеклянные по ГОСТ 1770 вместимостью 100, 250 и 500 $см^3$;
- тигли платиновые по ГОСТ 6563;
- щипцы тигельные с наконечниками из платины по ГОСТ 6563;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:3 и раствор с молярной концентрацией 0,075 моль/$дм^3$;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:3; 1:7;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1:4;
- натрий углекислый безводный по ГОСТ 83;
- натрий тетраборнокислый десятиводный по ГОСТ 4199, обезвоженный следующим образом: кристаллический тетраборнокислый натрий помещают в фарфоровую чашку и медленно нагревают сначала на плите, затем в муфеле при температуре от 350 °С до 400°С.; прокаливают при указанной температуре в течение 1,5 ч;
- смесь для сплавления: тщательно перемешивают 100 г измельченного безводного углекислого натрия с 30 г тетраборнокислого натрия и хранят в закрытой банке;
- кремния оксид по ГОСТ 9428;
- кислоту аскорбиновую, раствор 20 г/$дм^3$, свежеприготовленный;
- аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 50 и 120 г/$дм^3$, свежеприготовленный;
- кислоту щавелевую по ГОСТ 22180 и раствор 50 г/$дм^3$;
- смесь восстановительную: 2 г аскорбиновой кислоты и 20 г щавелевой кислоты растворяют в воде, прибавляют 8 $см^3$ серной кислоты, перемешивают и разбавляют водой до 1 $дм^3$;
- пероксид водорода по ГОСТ 10929, 3 %-ный раствор;
- калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/$дм^3$;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 100 г/$дм^3$;
- фильтры обеззоленные по ТУ [2] средней плотности;
- стаканы фторопластовые по ТУ [3].

Примечание - Допускается применение других средств измерения, оборудования и реактивов, обеспечивающих проведение анализа с установленной погрешностью.

7 Подготовка к проведению анализа

7.1 Отбор и подготовка проб – по ГОСТ 15054.

7.2 Приготовление стандартных растворов

Раствор А: Предварительно прокаливают при температуре от 1000 °С до 1050 °С соответствующее количество оксида кремния до получения постоянной массы. Взвешивают

0,25 г с точностью до 0,001 г, помещают навеску в платиновый тигель и сплавляют с 2 г углекислого натрия при температуре от 1000 °С до 1050 °С. После охлаждения тигель помещают в стакан из фторопласта вместимостью 250 $см^3$, добавляют 100 $см^3$ горячей

воды, 10 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, переливают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А соответствует 1 мг оксида кремния.

Раствор Б: 10 $см^3$ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б соответствует 0,05 мг оксида кремния.

Раствор В: 5 $см^3$ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора В соответствует 0,01 мг оксида кремния.

Растворы хранят в закрытой полиэтиленовой посуде.

Раствор Г: Предварительно прокаливают при температуре от 1000 °С до 1050 °С соответствующее количество оксида кремния до постоянной массы. Взвешивают 0,0250 г , помещают в платиновый тигель, добавляют 0,4000 г оксида железа (III) и сплавляют с 3 г смеси для сплавления при температуре от 950 °С до

1000°С. После охлаждения тигель с крышкой помещают в стакан из фторопласта вместимостью 250 см^3, добавляют 100 см^3 горячей воды и оставляют на 8-10 ч (можно на ночь), затем приливают 100 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:4, и энергично перемешивают раствор до растворения плава. Допускается нагревание при температуре ниже 90°С для его полного растворения. Тигель и крышку извлекают из стакана и обмывают водой. Полученный раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Г соответствует 0,05 мг оксида кремния.

Вспомогательный раствор: 0,4000 г оксида железа (III) помещают в платиновый тигель и сплавляют с 3 г смеси для сплавления. Плав растворяют в 100 см^3 азотной кислоты (1:4), охлаждают, переносят в колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки и перемешивают.

8 Проведение анализа

8.1 Метод 1

8.1.1 Массу навески руды железной, концентрата, агломерата или окатыша выбирают в зависимости от предполагаемой массовой доли оксида кремния, как указано в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 - Масса навесок проб

Массовая доля оксида кремния, %	Масса навески, г
От 0,2 до 1 вкл.	0,5
св 1 » 5 »	0,5
» 5 » 10 »	0,1
» 10 » 20 »	0,1

В платиновый тигель вносят 1,5 г смеси для сплавления, навеску пробы, взвешенную с точностью до 0,0002 г, затем добавляют 0,1 г калия азотнокислого, 1, 5 г смеси для сплавления, закрывают тигель крышкой и сплавляют в муфельной печи при температуре от 950 °С до 1000 °С в течение 15 мин с момента расплавления или до полного сплавления пробы.

8.1.2 После охлаждения тигель с крышкой помещают в стакан из фторопласта вместимостью 250 см^3, добавляют 100 см^3 горячей воды и оставляют на 8-10 ч (можно на ночь). Приливают 100 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:3, и энергично перемешивают раствор до растворения плава. Допускается нагревание при температуре ниже 90°С для его полного растворения. Тигель и крышку извлекают из стакана и обмывают водой. Полученный раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

П р и м е ч а н и е - Для ускорения растворения охлажденного расплава и перевода его в раствор рекомендуется осторожно вращать расплав в процессе охлаждения для его затвердения в виде тонкой равномерной пленки на внутренней стенке тигля. После охлаждения тигель с крышкой помещают в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют 60-80 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1:7, и нагревают при температуре ниже 90°С до полного растворения плава. Тигель и крышку извлекают из стакана и обмывают водой. Полученный раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор можно использовать для определения оксидов кальция и магния комплексонометрическим методом по ГОСТ 23581.16 или оксида алюминия фотометрическим методом по ГОСТ 23581.17.

При наличии в пробе марганца (плав окрашен в зеленый цвет) во избежание порчи платинового тигля плав растворяют в 50-80 см^3 воды, извлекают тигель и обмывают его водой. К раствору прибавляют 100 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:3, одну-две капли пероксида водорода и нагревают до кипения. Полученный раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

8.1.3 Отбирают аликвотную часть объемом 5 см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 35 см^3 раствора серной кислоты с молярной концентрацией 0,075 моль/дм^3, 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония с концентрацией 50 г/дм^3, перемешивают и оставляют на 5-10 мин (для получения желтого молибденового комплекса). При содержании оксида кремния менее 1% время выдержки для образования комплекса должно быть не менее 10 мин. Затем приливают 15 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:3, по каплям раствор марганцовокислого калия до появления розового окрашивания, 10 см^3 раствора аскорбиновой кислоты (или 20 см^3 смеси восстановительной), доливают водой до метки и перемешивают. Через 5 мин при восстановлении аскорбиновой кислотой и через 10 мин при восстановлении смесью аскорбиновой и щавелевой кислот измеряют оптическую

плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 650 нм или фотоэлектроколориметре имеющем, максимум пропускания в интервале 600-750 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 или 20 мм, используя в качестве раствора сравнения дистиллированную воду.

8.1.4 Для внесения поправки на массу оксида кремния в реактивах через все стадии анализа проводят холостой опыт.

8.1.5 По найденному значению оптической плотности исследуемого раствора за вычетом оптической плотности раствора холостого опыта находят массу оксида кремния по градуировочному графику.

8.1.6 Для построения такого графика в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ отбирают аликвотные части стандартного раствора и соответствующие части холостого опыта согласно таблице 2. Добавляют 35 $см^3$ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 0,075 моль/$дм^3$ и 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония с концентрацией 50 г/$дм^3$, тщательно перемешивают и оставляют на 5-10 мин. Затем приливают 15 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:3, по каплям раствор марганцовокислого калия до появления розового окрашивания, 10 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты (или 20 $см^3$ смеси восстановительной), доливают водой до метки и перемешивают. Через 5 мин при восстановлении аскорбиновой кислотой и через 10 мин при восстановлении смесью аскорбиновой и щавелевой кислот измеряют оптическую плотность раствора, как указано в 8.1.3.

8.1.3 Холостой опыт для градуировочного графика проводят без добавления стандартного раствора оксида кремния.

Таблица 2

Обозначение стандартного раствора	Объем стандартного раствора, $см^3$	Массовая доля оксида кремния в фотометрируемом объеме, мг	Объем холостого опыта, $см^3$
Раствор В	0,0	0,00	5,0
	1,00	0,01	4,0
	2,00	0,02	3,0
	3,00	0,03	2,0
	5,00	0,05	0,0
Раствор Б	2,00	0,10	3,0
	3,00	0,15	2,0
	4,00	0,20	1,0
	5,00	0,25	0,0

Строят график, откладывая на оси абцисс массу оксида кремния в мг в фотометрируемом объеме, а на оси ординат - оптическую плотность растворов за вычетом оптической плотности раствора холостого опыта.

8.2 Метод 2

8.2.1 Массу навески руды железной, концентрата, агломерата или окатыша выбирают в соответствии с таблицей 1, сплавляя пробу согласно 8.1.1.

8.2.2 После охлаждения тигель с крышкой помещают в стакан из фторопласта вместимостью 250 $см^3$, добавляют 100 $см^3$ горячей воды и оставляют на 8-10 ч (можно на ночь). Затем приливают 100 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:4, и энергично перемешивают до растворения плава. Допускается нагревание при температуре ниже 90°С для его полного растворения. Тигель и крышку извлекают из стакана и обмывают водой. Полученный раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

8.2.3 Отбирают аликвотную часть объемом 5 $см^3$ раствора в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 1 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:4, и 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония с концентрацией 120 г/$дм^3$. Тщательно перемешивают и дают отстоятся в течение 5 мин.

Затем быстро приливают реактивы, хорошо взбалтывая раствор после каждого добавления: 10 $см^3$ раствора щавелевой кислоты, 5 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:3, и 5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты. Максимальное время, в течение которого добавляют реактивы, не должно превышать 3 мин. Через

1 мин после прибавления последнего реактива раствор доводят до метки и перемешивают. Через 5-10 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при 650 нм или фотоэлектроколориметре, имеющем максимум пропускания в интервале длин волн 600-750 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя раствора 10 или 20 мм, используя в качестве раствора

сравнения дистиллированную воду.

8.2.4 Для внесения поправки на массу оксида кремния в реактивах через все стадии анализа проводят холостой опыт.

8.2.5 По найденному значению оптической плотности раствора за вычетом плотности раствора холостого опыта находят массу оксида кремния по градуировочному графику.

8.2.6 Для построения такого графика в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают аликвотные части стандартного раствора Г и соответствующие части вспомогательного раствора в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3

Обозначение стандартного раствора	Объем стандартного раствора, см^3	Масса оксида кремния в фотометрируемом объеме, мг	Объем вспомогательного раствора, см^3
Раствор Г	0,0	0,00	5,0
	0,20	0,010	4,8
	0,50	0,025	4,5
	1,00	0,050	4,0
	3,00	0,15	2,0
	5,00	0,25	0,0

Добавляют в колбы реактивы в соответствии с 8.2.3. и через 5-10 мин проводят, как указано, фотометрирование.

Строят градуировочный график, откладывая на оси абцисс массу оксида кремния в мг в фотометрируемом объеме, а на оси ординат - оптическую плотность растворов графика за вычетом плотности раствора холостого опыта.

8.2.7 Графики допускается строить по стандартным образцам, близким по составу к анализируемым пробам и аттестованными по содержанию оксида кремния во всем определяемом диапазоне.

Стандартные образцы проводят через весь ход анализа методом 1 (.8.1) или методом 2 (8.2)

По найденным значениям оптической плотности растворов для градуировочного графика за вычетом плотности раствора холостого опыта и соответствующим им массовым долям оксида кремния строят график, по которому находят массовую долю оксида кремния в процентах

9 Обработка результатов

9.1 Массовую долю оксида кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1 \cdot 100 \cdot K}{m \cdot V_2 \cdot 1000}, \quad (1)$$

где m_1 – масса оксида кремния, найденная по градуировочному графику, мг;

m – масса навески руды, концентрата, агломерата или окатыша, г;

V_1 – общий объем пробы, см^3;

V_2 – объем аликвотной части раствора, взятый для фотометрирования, см^3;

K – коэффициент пересчета массовой доли оксида кремния на его массовую долю в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_r}, \quad (2)$$

где W_r – массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1

9.2 За результат анализа принимают среднеарифметическое значение параллельных определений, полученных в условиях повторяемости (получают одним методом на идентичных объектах испытаний, в одной лаборатории, одним оператором с использованием аналогичного оборудования, в пределах короткого промежутка времени), если они удовлетворяют нормативам контроля качества

результатов, приведённым в таблице 4.

Результат признают удовлетворительным, если выполняется условие

$$|X_1 - X_2| \le r \quad (3)$$

где X_1 и X_2 параллельные определения;

r – предела повторяемости (см. таблицу 4)

Процедуру проверки приемлемости результатов анализа проводят, руководствуясь стандартом [4] и ГОСТ

Т а б л и ц а 4 - Значения показателя точности методики и нормативов контроля точности результатов измерений

В процентах

Массовая доля оксида кремния	Предел повторяемости, r при P=0,95	Предел Воспроизводимости, R при P=0,95	Норматив контроля внутрилабораторной прецизионности, $R_л$ при P=0,95	Показатель точности, доверительные границы погрешности ±Δ при P=0,95	Норматив контроля процедуры выполнения измерений, K_m при P=0,90
Св. 0,20 до 0,50 вкл.	0,04	0,06	0,05	0,04	0,03
» 0,50 » 1,0 »	0,06	0,08	0,07	0,06	0,04
» 1,0 » 2,0 »	0,09	0,13	0,11	0,09	0,06
» 2,0 » 5,0 »	0,16	0,23	0,19	0,16	0,11
» 5,0 » 10,0 »	0,24	0,33	0,28	0,24	0,16
» 10,0 » 20 »	0,4	0,5	0,4	0,4	0,3

9.3 Результат анализа оформляют протоколом или записью в журнале и представляют в виде $\overline{X} \pm \Delta$ (P = 0,95),

где Δ - доверительные границы погрешности для P = 0,95, %

П р и м е ч а н и я :

1 В е л и ч и н а Δ соответствует расширенной неопределенности U с коэффициентом охвата k = 2.

2 Допускается сопровождать результат или группу результатов, полученных по данным стандарта, вместо указания их погрешности и доверительной вероятности ссылкой на него.

Числовое значение результата должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и показатель предела допускаемой погрешности, установленный настоящим стандартом

10 Контроль качества результатов измерений

10.1 Оперативный контроль точности

10.1.1 Контроль процедуры измерений выполняют в соответствии с ГОСТ рекомендациями [5] и с учетом требований стандарта [4]. Для контроля не реже одного раза в смену или одновременно с каждой партией проб проводят анализ (государственного стандартного образца, стандартного образца предприятия, аттестованной смеси). Если отклонение результата определения массовой доли оксида кремния в образце для контроля $\overline{X}$ от аттестованного (расчетного значения) A_{co} не превышает норматив контроля $K_т$. (см. таблицу 4)

$$\left|\overline{X} - A_{co}\right| \le K_т, \quad (4)$$

результаты контроля признают удовлетворительными. При невыполнении условия (4) измерения повторяют, при повторном невыполнении прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам

10.2 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Показатели внутрилабораторной прецизионности оцененные в соответствии со стандартом [5] и рекомендациями [6], приведены в таблице 4.

10.2.1 Для контроля внутрилабораторной прецизионности выполняют определеляют массовую долю оксида кремния в проанализированных ранее пробах, изменяя влияющие факторы (разное время, разные операторы и т. д.). Расхождение между результатами $\overline{X_1}$ и $\overline{X_2}$ не должно превышать допускаемое значение норматива контроля внутрилабораторной прецизионности $R_л$

$$\left|\overline{X_1} - \overline{X_2}\right| \le R_л , \quad (5)$$

где $\overline{X_1}$ и $\overline{X_2}$ - результаты измерений, полученные в различных условиях;

$R_л = 2{,}77\sigma_{R_л}$, (P=0,95).

Число расхождений результатов первичного и повторного анализа, превышающих допускаемые значения $R_л$ сравнивают с приемочным и

браковочным числами в соответствии рекомендациями [8].

10.2.2 При соблюдении условий раздела 10 погрешность результатов измерений не превысит значения Δ (таблица 4).

Библиография

[1] ИСО 5725-1-2002	Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
[2] Технические условия ТУ 2642-001-13927158-2003	Фильтры обеззоленные (белая, синяя лента)
[3] Технические условия 95-173-78	Посуда из фторопласта
[4] ИСО 5725-6-2002	Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
[5] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76-2004	Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.
[6] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 61-2010	Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

УДК 622.341.1:546.712- 31.06:006.354 МКС 73.060.10

Ключевые слова: руды железные, концентраты , агломераты, окатыши, диоксид кремния, испытание

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 31 экз. Зак. 1928.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru