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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
24523.1—
2021

ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ
Метод определения оксида кремния (IV)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Научно-технический центр «Огнеупоры» (ООО «НТЦ «Огнеупоры»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июня 2021 г. № 141-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 августа 2021 г. № 754-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 24523.1—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2021 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 24523.1—80

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021



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

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Общие требования	2
4 Требования безопасности	2
5 Фотометрический метод определения оксида кремния (IV) (при массовой доле от 0,2 % до 3,0 %) ..	2
6 Обработка результатов определений	5
7 Протокол испытания	6

ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ**Метод определения оксида кремния (IV)**

Electrotechnical periclase. Method for determination of silicon (IV) dioxide

Дата введения — 2021—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на электротехнический периклаз и устанавливает фотометрический метод определения оксида кремния (IV) при массовой доле от 0,2 % до 3,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

- ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
- ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия
- ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия
- ГОСТ 4199 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия
- ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 5817 Реактивы. Кислота винная. Технические условия
- ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия
- ГОСТ 6709¹⁾ Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
- ГОСТ 9428 Реактивы. Кремний (IV) оксид. Технические условия
- ГОСТ ИСО/МЭК 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий
- ГОСТ 24104²⁾ Весы лабораторные. Общие технические требования
- ГОСТ 24523.0 Периклаз электротехнический. Общие требования к методам химического анализа
- ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандарти-

¹⁾ На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия».

²⁾ На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

зации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 24523.0.

4 Требования безопасности

4.1 Требования безопасности — по ГОСТ 24523.0.

5 Фотометрический метод определения оксида кремния (IV) (при массовой доле от 0,2 % до 3,0 %)

5.1 Сущность метода

Метод основан на образовании желтого комплексного соединения кремнемолибденовой гетерополикислоты, восстановлении его аскорбиновой кислотой в синее комплексное соединение и фотометрировании окрашенного раствора в области светопропускания 600—800 нм.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая поддержание температуры нагрева 1100 °С с пределами допустимого отклонения ± 50 °С.

Спектрофотометр или калориметр фотоэлектрический лабораторный.

Электроплитка с закрытой спиралью по технической документации.

Весы по ГОСТ 24104 или по ГОСТ OIMLR 76-1, класс точности II.

Тигли платиновые № 100—7 или 100—8 по ГОСТ 6563.

Крышки платиновые № 101—7 или 101—8 по ГОСТ 6563.

Шпатели платиновые № 9 по ГОСТ 6563 или проволока платиновая диаметром 0,5 мм по технической документации.

Ступки и пестики фарфоровые № 5 или № 7 по ГОСТ 9147.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199.

Безводный тетраборнокислый натрий: натрий тетраборнокислый 10-водный, обезвоженный при температуре (400 ± 20) °С.

Смесь для сплавления: углекислый натрий и безводный тетраборнокислый натрий смешивают в соотношении 2:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации 0,125 моль/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, разбавленная 1:1.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 5 %: 50 г молибденовокислого аммония растворяют при нагревании в 500—600 см³ дистиллированной воды, не доводя до кипения. Раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», приливают 100 см³ уксусной кислоты, доводят дистиллированной водой до 1000 см³. Срок хранения раствора — не более 7 сут.

Кислота винная по ГОСТ 5817.

Кислота аскорбиновая по технической документации.

Смесь восстановительная: 15,0 г винной кислоты и 1,0 г аскорбиновой кислоты растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Срок хранения раствора — 4—5 сут.

Кремния (IV) оксид по ГОСТ 9428.

Фильтр «синяя лента» по технической документации.

5.2.1 Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида кремния (IV) 0,0002 г/см³ (раствор А): 0,1000 г оксида кремния (IV), предварительно прокаленного при температуре 1000 °С —1100 °С до постоянной массы, помещают в платиновый тигель, перемешивают с 2—3 г углекислого натрия, закрывают тигель крышкой, помещают в муфельную печь с температурой 950 °С —1000 °С и выдерживают в течение 3—4 мин. Охлажденный тигель со сплавом помещают в стакан вместимостью 300 см³ и приливают 150—200 см³ холодной дистиллированной воды. После полного растворения сплава тигель и крышку ополаскивают водой и удаляют, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде, срок хранения — не более 3 мес.

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида кремния (IV) 0,00002 г/см³ (раствор Б): 50 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида кремния (IV) 0,00004 г/см³ (раствор В): 50 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.2.2 Построение градуировочного графика для определения оксида кремния (IV) при массовой доле от 0,2 % до 0,8 % включ.

В восемь мерных колб вместимостью 100 см³ каждая отбирают пипеткой 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 9,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008; 0,00010; 0,00012; 0,00014 и 0,00018 г оксида кремния (IV). В каждую колбу приливают по 50 см³ серной кислоты, по 10 см³ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и выдерживают 15—20 мин. Затем в каждую колбу приливают по 5 см³ восстановительной смеси, перемешивают, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, снова перемешивают и выдерживают 30 мин.

Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре при длине волны 810 нм или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (область светопропускания 600—800 нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, который проводят параллельно через все стадии анализа с теми же реактивами.

5.2.3 Построение градуировочного графика для определения оксида кремния (IV) при массовой доле свыше 0,8 % до 3 % включ.

В шесть мерных колб вместимостью 100 см³ каждая отбирают пипеткой 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ раствора В, что соответствует 0,00004; 0,00008; 0,00016; 0,00024; 0,00032 и 0,00040 г оксида кремния (IV). В каждую колбу приливают по 50 см³ серной кислоты, по 10 см³ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и выдерживают 15—20 мин. Затем в каждую колбу приливают по 5 см³ восстановительной смеси, перемешивают, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, снова перемешивают и выдерживают 30 мин.

Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 600 до 800 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, который проводят параллельно через все стадии анализа с теми же реактивами.

5.2.4 Градуировочная характеристика

Градуировочную характеристику представляют в виде линейного уравнения или графика.

5.2.4.1 Градуировочная характеристика в виде линейного уравнения

На основе полученных данных строят градуировочную характеристику по уравнению

$$\bar{D} = A + B \cdot m \quad (1)$$

где \bar{D} — среднее значение результатов двух измерений оптической плотности градуировочного раствора Б;

m — масса оксида кремния, г;

A и B — коэффициенты, определяемые методом наименьших квадратов по формулам (2) и (3).

$$A = \frac{\sum m_i^2 \sum \bar{D}_i - \sum m_i \sum m_i \bar{D}_i}{n \sum m_i^2 - (\sum m_i)^2}, \quad (2)$$

$$B = \frac{n \sum m_i \bar{D}_i - \sum m_i \sum \bar{D}_i}{n \sum m_i^2 - (\sum m_i)^2}, \quad (3)$$

где \bar{D}_i — оптическая плотность i -го градуировочного раствора Б (среднеарифметическое значение по двум измерениям);

m_i — масса оксида кремния в i -м градуировочном растворе, г;

i — номер градуировочного раствора;

n — количество градуировочных растворов.

5.2.4.2 Градуировочная характеристика в виде графика

На основании полученных данных строят градуировочный график в координатах: оптическая плотность (D) — масса оксида кремния (IV) (m). Указывают масштаб графика.

5.2.5 Проверка приемлемости градуировочной характеристики

Градуировочная характеристика считается приемлемой, если для каждого стандартного раствора отклонение среднего значения оптической плотности от градуировочной характеристики не превышает 5 %.

5.3 Проверка приемлемости аналитических сигналов фотоэлектроколориметра (спектрофотометра)

При построении градуировочного графика, периодическом контроле стабильности градуировочной характеристики, а также при выполнении анализов выполняют проверку приемлемости аналитических сигналов фотоэлектроколориметра и спектрофотометра, полученных в условиях повторяемости.

Результат проверки признается приемлемым при выполнении условия

$$\frac{|D_{i1} - D_{i2}|}{\bar{D}_i} 100 \leq K_{\Phi}, \quad (4)$$

где D_{i1} и D_{i2} — значения оптической плотности, полученные для i -го градуировочного раствора при двух измерениях, Б;

\bar{D}_i — среднее значение результатов двух измерений оптической плотности i -го градуировочного раствора, Б;

K_{Φ} — норматив (допускаемое расхождение результатов измерений оптической плотности раствора), при вероятности 0,95, %; $K_{\Phi} = 5$ %.

5.4 Проведение анализа

5.4.1 Аналитическую пробу массой 0,5 г смешивают в платиновом тигле с 4—5 г смеси для сплавления, закрывают тигель крышкой и сплавляют в муфельной печи при температуре 1000 °С в течение 10—20 мин. В стакан вместимостью 250 см³, в который предварительно налито 60 см³ соляной кислоты (1:3), опускают остывший тигель со сплавом и крышку. Стакан нагревают без кипячения, поворачивая тигель до растворения сплава. Тигель и крышку ополаскивают водой и удаляют. Полученный раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.4.2 От полученного раствора отбирают аликвотную часть в объеме, указанном в таблице 1.

Таблица 1

Предполагаемая массовая доля оксида кремния (IV), %	Объем аликвотной части раствора, см ³
От 0,2 до 2,0	10
Св. 2,0 до 3,0	5

5.4.3 Аликвотную часть анализируемого раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 50 см³ раствора серной кислоты, 10 см³ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и выдерживают 15—20 мин. Затем приливают 5 см³ восстановительной смеси, перемешивают, доводят до метки дистиллированной водой, снова перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют через 30 мин на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, при длине волны в области светопропускания 600—800 нм в кювете с толщиной оптического слоя 30 мм при массовой доле оксида кремния (IV) от 0,2 % до 0,8 % и с толщиной оптического слоя 10 мм при массовой доле оксида кремния (IV) от 0,8 % до 3 %.

В качестве раствора сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу оксида кремния (IV) в граммах находят по градуировочному графику.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 Массовую долю оксида кремния (IV) w_{SiO_2} , %, вычисляют по формуле

$$w_{\text{SiO}_2} = \frac{mV}{mV_1} 100, \quad (5)$$

где m_1 — масса оксида кремния (IV), найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см³.

5.5.2 Нормы контроля точности определения массовой доли оксида кремния (IV) приведены в разделе 6.

6 Обработка результатов определений

6.1 Проверка приемлемости

Проверяют приемлемость результатов определений массовой доли оксида кремния (IV). Результат проверки считают удовлетворительным, если выполняется условие

$$|w_{\text{SiO}_2 1} - w_{\text{SiO}_2 2}| \leq r, \quad (6)$$

где $w_{\text{SiO}_2 1}$, $w_{\text{SiO}_2 2}$ — значения массовой доли оксида кремния (IV), полученные в условиях повторяемости опыта, %;

r — предел повторяемости, (см. таблицу 2).

Таблица 2

В процентах

Массовая доля оксида кремния (IV)	Нормы точности и нормативы контроля точности			
	$U(w)$	R_n	r	K_T
От 0,2 до 0,5 включ.	0,05	0,06	0,05	0,03
Св. 0,5 до 1,0 включ.	0,07	0,08	0,07	0,04
Св. 1,0 до 2,0 включ.	0,09	0,12	0,10	0,06
Св. 2,0 до 3,0 включ.	0,15	0,19	0,15	0,10

За результат определений массовой доли оксида кремния (IV) принимают среднее арифметическое значение \bar{w}_{SiO_2} , полученное по двум последовательным определениям, удовлетворяющим требованию приемлемости.

Если условие (6) не выполнено, проводят два дополнительных определения и проверяют приемлемость вновь полученных результатов.

Если результаты дополнительных определений не удовлетворяют требованиям приемлемости, то за результат определений принимают среднее арифметическое из четырех полученных значений при условии, что ряд последовательно полученных значений не возрастает или не убывает монотонно.

Примечание — Допускается проводить проверку приемлемости результатов в соответствии с документами, действующими на территории государства, применяющего стандарт³⁾.

³⁾ На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

6.2 В документе о качестве результат определения массовой доли оксида кремния (IV) приводят в сокращенном формате без указания расширенной неопределенности.

По требованию заказчика результат определения массовой доли оксида кремния (IV) может быть приведен в полном формате

$$\left[w_{\text{SiO}_2} \pm U(w_{\text{SiO}_2}) \right], \quad (7)$$

где $U(w_{\text{SiO}_2})$ — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$.

Результат округляют до того же десятичного знака, которым заканчивается округленное значение расширенной неопределенности $U(w_{\text{SiO}_2})$.

Примеры:

$$w_{\text{SiO}_2} = (0,103 \pm 0,021) \%;$$

$$w_{\text{SiO}_2} = (10,1 \pm 1,3) \%.$$

6.3 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Рассчитывают расхождение результатов определений массовой доли оксида кремния (IV), полученное в условиях прецизионности. При этом расхождение между двумя средними результатами определений не должно превышать норматив контроля (R_n), (см. таблицу 2).

$$\left| \bar{w}_{\text{SiO}_2 1} - \bar{w}_{\text{SiO}_2 2} \right| \leq R_n, \quad (8)$$

где $\bar{w}_{\text{SiO}_2 1}$, $\bar{w}_{\text{SiO}_2 2}$ — первое и второе значения массовой доли оксида кремния (IV), %.

При превышении норматива измерения повторяют. При повторном превышении выясняют и устраняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

6.4 Оперативный контроль точности

Контроль выполнения процедуры определений (контроль точности результатов измерений) проводят не реже одного раза в смену или одновременно с каждой партией рабочих проб. Для контроля точности результатов измерений применяют государственные стандартные образцы, стандартные образцы организации или смеси, аттестованные в установленном порядке. Если отклонение результата определения массовой доли оксида кремния (IV) в образце для контроля \bar{w}_{SiO_2} от аттестованного (расчетного) значения A_{co} не превышает норматива контроля K_T (см. таблицу 2)

$$\left| \bar{w}_{\text{SiO}_2} - A_{\text{co}} \right| \leq K_T, \quad (9)$$

результаты контрольной процедуры признают удовлетворительными. При невыполнении условия (9) определение повторяют. При повторном невыполнении условия (9) определения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

7 Протокол испытания

Результаты определений записывают в протокол, в котором указывают:

- обозначение настоящего стандарта;
- наименование организации, проводившей испытание;
- обозначение испытуемого огнеупора или огнеупорного сырья, марку, номер партии;
- дату проведения испытания;
- метод определения оксида кремния (IV);
- значение результата определения массовой доли оксида кремния (IV);
- должность, фамилию, имя, отчество исполнителя;
- подпись исполнителя.

Примечание — Допускается проводить оформление результатов измерений в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17025 либо с правилами, действующими в конкретной организации.

УДК 621.315.612.8:546.284-31.06:006.354

МКС 81.080

Ключевые слова: периклаз электротехнический, оксид кремния (IV), фотометрический метод

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 24.08.2021. Подписано в печать 30.08.2021. Формат 60×84%. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru