

O'ZBEKISTON MILLIY STANDARTI

CHARM - UMUMIY KREMNIY MIQDORINI ANIQLASH -
QISQARTIRILGAN MOLIBDOSILIKATLI SPEKTROMETRIK USUL

(ISO 5400:1984, IDT)

Rasmiy nashr

O'zbekiston standartlar instituti

Toshkent

So‘z boshi

1. O‘zbekiston standartlar instituti tomonidan QABUL QILISHGA TAQDIM ETILDI.
2. O‘zbekiston standartlar institutining 2024 yil 15-iyuldagi 37/XSt-sonli buyrug‘i bilan TASDIQLANDI VA AMALGA KIRITILDI.
3. Ushbu standart ISO 5400:1984 “Leather — Determination of total silicon content — Reduced molybdosilicate spectrometric method” xalqaro standartiga aynan o‘xshash.
4. DASTLABKI AMALGA KIRITILISHI

Ushbu milliy standart va unga bo‘lgan o‘zgartishlarni O‘zbekiston hududida amalga kiritish haqidagi axborot Standartlashtirish bo‘yicha milliy organning rasmiy veb-saytlari va standartlarning yillik axborot ko‘rsatkichlarida qayd etiladi. Ushbu standartni qayta ko‘rib chiqish yoki bekor qilish haqidagi muvofiq axborot Standartlashtirish bo‘yicha milliy organning rasmiy veb-saytlari va standartlarning yillik axborot ko‘rsatkichlarida qayd etiladi.

Ushbu milliy standartni O‘zbekiston Respublikasi hududida rasmiy chop etish mutlaq huquqi O‘zbekiston standartlar institutiga tegishli

O'ZBEKISTON MILLIY STANDARTI**CHARM - UMUMIY KREMNIY MIQDORINI ANIQLASH - QISQARTIRILGAN
MOLIBDOSILIKATLI SPEKTROMETRIK USUL****КОЖА - ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО СОДЕРЖАНИЯ КРЕМНИЯ -
СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД УМЕНЬШЕННОГО МОЛИБДОСИЛИКАТА****LEATHER — DETERMINATION OF TOTAL SILICON CONTENT —
REDUCED MOLYBDOSILICATE SPECTROMETRIC METHOD****Amalga kirish sanasi 15.09.2024 y.****1 Qo'llanish doirasi**

Ushbu milliy standartda charmning umumiy kremniy miqdorini aniqlash uchun molibdosilikatning kamaytirilgan spektrometrik usuli ko'rsatilgan.

Charm tarkibidagi kremniy birikmalarining kimyoviy o'xshashligini aniqlashning imkoni yo'q va natijalar SiO₂ oksidi bilan ifodalanadi. Organosilanlar terida mavjud bo'lib, ularni ushbu usul bilan aniqlash mumkin. Organosilanlar teri tarkibidan deyarli miqdoriy jihatdan tetragidrofuran yoki dixlormetan bilan ajratib olinadi va bu ularni aniqlash usulining asosini tashkil qiladi (Elliott, JSLTC, 1964, 48, 105; SLTC-SLC/16 usuli). Shunday qilib, agar tarkibida organosilanlar mavjudligiga shubha qilingan charmlar dastlab dixlormetan bilan ekstraksiya qilinsa, noorganik kremniy tarkibli birikmalarning yanada ishonchli bahosi olinadi.

2 Standartlarga havolalar

Ushbu standartni qo'llash uchun quyidagi havola qilingan hujjatlar ajralmas hisoblanadi.

Eskirgan ma'lumotnomalar uchun faqat keltirilgan nashr amal qiladi. Tasdiqlanmagan ma'lumotnomalar uchun havola qilingan hujjatning so'nggi nashri (shu jumladan har qanday o'zgartirishlar) qo'llaniladi.

ISO 835, Laboratoriya shisha idishlari - Bitiruvchi pipetkalar - 1-qism: Umumiy talablar.
2-qism: kutish vaqti ko'rsatilmagan pipetkalar.

ISO 1042, Laboratoriya shisha idishlari - bir markali hajmli kolbalar

ISO 2418, Charm - Laboratoriya namunalari - Joylashuv va identifikatsiya.

ISO 2588, Charm - Namuna olish - Yalpi namuna uchun buyumlar soni.

ISO 4044, Charm - kimyoviy sinov namunalarini tayyorlash.

3 Tamoyil

Organik moddalarni parchalash va mineral moddalarni eritish uchun ishqoriy sharoitlarda Parr bombasida sinov qismini oksidlash. Molibdosilikat kompleksining shakllanishi va 630 nm to'lqin uzunligida spektrometrik o'lchash.

4 Reagentlar

Tahlil jarayonida faqat tan olingan analitik markali reagentlardan va faqat distillangan suv yoki unga teng tozalikka ega bo'lgan suvdan foydalaning.

4.1 Konsentrlangan sulfat kislota, $\rho_{20} = 1,83$ g/ml, suyultirilgan

1 + 1 suv bilan.

Izoh – Ushbu milliy standartdan foydalanishda havola qilinayotgan standartlarni O'zbekiston hududida amal qilishini joriy yilning 1 yanvar holati bo'yicha tuzilgan muvofiq standartlar ko'rsatkichi (tasniflagichi) bo'yicha hamda joriy yilda chor etilgan axborot ko'rsatkichlari bo'yicha tekshirish maqsadga muvofiq bo'ladi. Agarda havola qilinayotgan standart almashtirilgan (o'zgartirilgan) bo'lsa, unda ushbu milliy standartdan foydalanish chog'ida almashtirilgan (o'zgartirilgan) standartga amal qilishi kerak. Agarda havola qiligayotgan standart almashtirilmasdan bekor qilingan bo'lsa, unga havola qilingan qoida ushbu havolaga dahldor bo'lmagan qismida qo'llaniladi.

4.2 Sulfat kislota, standart eritma, $c(1/2 H_4SO_2) = 1,0 \text{ mol/l}$.

4.3 Glitserin.

4.4 Natriy sulfat, 100 g/l eritma.

4.5 Ammoniy molibdat, 100 g/l eritma, tarkibida 2 ml ammoniy gidroksid, $\rho_{20} = 0,880 \text{ g/ml}$, 100 ml eritmada.

4.6 Qalay (I) xlorid, digidrat, 10 g/l eritma.

10 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ ni 12 ml iliq xlorid kislota, $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ va 5 ml suvda eritib, 1000 ml gacha suyultiring.

Bu eritmani yangidan tayyorlang.

4.7 Fusion aralashmasi

100 g natriy peroksid;

10 g kaliy nitrat;

3 g kukunsimon saxaroza.

5 Uskuna

Oddiy laboratoriya uskunalari va

5.1 "Parr" bombasi, 22 ml.

5.2 250 ml sig'imli stakan.

5.3 Bir markadagi hajmiy kolbalar, sig'imi 100 va

500 ml, ISO 1042 talablariga javob beradi.

5.4 ISO 835/1 va ISO 835/2 talablariga javob beradigan pipetkalar.

5.5 Analitik muvozanat, 0,001 g aniqlikda.

5.6 Spektrometr yoki fotoelektrik absorptiometr.

5.7 pH-metr, shisha va etalon elektrodlar bilan ta'minlangan.

6 Namuna olish

6.1 Charmning butun bo'laklari

Manfaatdor tomonlar o'rtasida namuna olish to'g'risida boshqa kelishuv bo'lmagan taqdirda, lotdan namuna olish uchun ISO 2588 da ko'rsatilgan tartibdan foydalaning.

ISO 2418 bo'yicha bo'laklardan namunalar olish.

6.2 Boshqa ilovalar

Tegishli spetsifikatsiya yoki shartnomada talab qilinganidek namuna olishni amalga oshiring.

7 Jarayon

7.1 ISO 4044 ga muvofiq sinov namunasini tayyorlash.

"Parr" bombasi (5.1) ga 6 g aralashmani (4.7) joylashtiring, so'ngra taxminan 0,5 g namunani 0,001 g aniqlik bilan torting. Sinov qismini taxminan 0,5 ml glitserin (4.3) bilan namlang va 20 g termoyadroviy aralashma (4.7) bilan qoplang. Bombani muhrlang. Uni himoya trubkasiga joylashtiring va uning asosini kichik gaz alangasi bilan 20 daqiqa davomida qizdiring. sovishiga ruxsat berish.

Bombani oching va uni stakan (5.2) ga joylashtiring, stakandagi yuvish suvini yig'ib, qopqoqni suv bilan yuvib tashlang. Bomba tarkibini eritish uchun yetarli miqdorda suv qo'shing, uni chiqarib tashlang va stakanchaga chaying. Idishni bug' hammomiga o'tkazing va 2 soat davomida yoki vodorod peroksid parchalangunga qadar qoldiring. Sovutish uchun ruxsat berish, sulfat kislota eritmasi (4.1) bilan neytrallash, juda oz miqdorda qo'shimcha qo'shish. Eritmani miqdoriy ravishda 500 ml li bir markali hajm kolbaga (5.3) yuboring, markagacha suyultiring va aralashtirib, sinov eritmasini oling.

Tarkibida 0,05 dan 0,2 mg gacha SiO_2 (odatda 10 ml) bo'lgan sinov eritmasining ma'lum hajmi I ni 40 ml suv bilan suyultiring va sulfat kislota eritmasi (4.2) bilan pH 1,8 gacha nordonlashtiring. Miqdoriy ravishda 100 ml li bir martali hajmli kolbaga (5.3) 10 ml ammoniy molibdat eritmasi (4.5) soling va 30 daqiqa tindirib qo'ying. 10 ml sulfat kislota eritmasi (4.1), 10

ml qalay (I) xlorid eritmasi (4,6) qo'shiladi, suv bilan suyultiriladi va aralashtiriladi. 30 daqiqa turishiga ruxsat bering.

Ko'k rangni spektrometr yoki fotoelektrik absorptiometr (5.6) yordamida 630 nm da o'lchang. Rang 1 soatgacha barqaror.

7.3 0,001 g gacha og'irlikdagi 0,1 g toza kremnezemni natriy karbonat bilan aralashtirish yo'li bilan kalibrlash egri chizig'ini tayyorlang. Ushbu eritmaning alikvotalaridagi rangni sinov eritmasiga ishlov berish uchun 7.2-rasmda tasvirlangan usul bo'yicha ishlab chiqing.

8 Natijalar ifodasi

8.1 Hisoblash

Umumiy kremniyning miqdori, massa bo'yicha foizda

SiO₂ quyidagi formula bilan berilgan

$$\frac{m_1}{m_0} \times \frac{50}{V}$$

Bu yerda

m_0 - sinov qismining massasi, grammada;

m^* - aniqlash uchun olingan sinov eritmasining tegishli

qismidagi SiO ning massasi, grammada;

K - aniqlash uchun olingan sinov eritmasining hajmi, ml;

50 - jarayonda qo'llaniladigan suyultirishlarni hisobga oluvchi omil.

8.2 Takroriylik

Ayni bir operator tomonidan ayni bir laboratoriyada o'tkazilgan takroriy aniqlash natijalari charmning dastlabki massasiga nisbatan hisoblaganda 0,2% dan ortiq farq qilmasligi kerak.

8.3 Takrorlanuvchanlik

Bir namunada turli laboratoriyalarda turli operatorlar tomonidan o'tkazilgan ikkita aniqlash natijalari charmning boshlang'ich massasiga nisbatan hisoblaganda 0,5% dan ortiq farq qilmasligi kerak.

9 Tartib-qoidalar haqida eslatmalar

9.1 Charm kulini ishlatish

Ftorid kislota bilan tahlil qilish uchun sirkoniyni ajratib olishda olingan kislotada erimaydigan qoldiqni sintez bosqichida teriga almashtirish mumkin. Agar rioya qilinsa, bu fakt test hisobotida ko'rsatilishi kerak.

9.2 Muqobil bomba

Parr bombasi o'rniga Vursshmitt bombasidan foydalanish mumkin, bu holda namuna hajmini mos ravishda sinov eritmasini tayyorlashgacha va shu jumladan kamaytirish kerak.

10 Sinov hisoboti

Sinov hisobotida quyidagi ma'lumotlar bo'lishi kerak:

- ushbu milliy standartga havola qilish;
- namunani to'liq identifikatsiya qilish;
- olingan namunada olingan natijalar va, agar talab qilinsa, namlikning standart miqdori asosida;
- aniqlash paytida qayd etilgan har qanday g'ayrioddiy xususiyatlar;
- ushbu milliy standart yoki havola qilingan yoki ixtiyoriy deb hisoblangan Xalqaro standartga kiritilmagan har qanday operatsiya.

Bibliografik ma’lumotlar

SUT 59.140.30