

6.3.4.3 Centrifugar por 20 minutos e filtrar o líquido sobrenadante através de uma membrana de filtro. Ao resíduo adicionar 3 mL de ácido clorídrico diluído (HCl 7,3 %) e 9 mL de água purificada e ferver novamente;

6.3.4.4 Centrifugar por 20 minutos e filtrar o líquido sobrenadante através da mesma membrana de filtro e lavar o resíduo com pequenas quantidades de água purificada;

6.3.4.5 Juntar os filtrados, lavar e diluir com 50 mL de água purificada;

6.3.4.6 Em 20 mL da solução, adicionar 50 mg de ácido ascórbico e 1 mL de amônia concentrada (cerca de 18 M);

6.3.4.7 Neutralizar com amônia diluída (cerca de 2 M) e Diluir para 25 mL com água purificada;

6.3.4.8 12 mL da solução obtida deve ser usada para cumprir o teste A (BP) e preparar o padrão usando a solução padrão de chumbo (1 ppm), proceder conforme POP DIFIQ MG 013;

6.3.4.9 Critério de aceitação: O limite máximo é de 25 ppm.

6.3.5 Perda por (ignição) incineração^b

6.3.5.1 Determinar na amostra utilizada na perda por dessecação em cadinho de sílica (previamente calcinado) a 1000 ± 25 °C por 2 horas, até peso constante conforme POP DIFIQ MG 121;

6.3.5.2 Em amostra previamente seca não mais que 2,0 % de peso.

6.3.6 Arsênio^b

6.3.6.1 Solução amostra

6.3.6.1.1 Pesar 2,5 g da amostra e adicionar 50 mL de ácido clorídrico 3 N;

6.3.6.1.2 Deixar em refluxo por 30 minutos, usando água no condensador;

6.3.6.1.3 Resfriar, filtrar com ajuda de sucção, e transferir para balão volumétrico de 100 mL;

6.3.6.1.4 Lavar o filtro e o balão com várias porções de água quente e transferir a água de lavagem para o balão volumétrico;

6.3.6.1.5 Resfriar e completar o balão volumétrico com água purificada;

6.3.6.1.6 Proceder conforme POP DIFIQ MG 010.

| | |
|---|---|
| Título DIÓXIDO DE SILÍCIO COLOIDAL | Status <div style="border: 1px solid pink; padding: 5px; display: inline-block; color: pink;"> CÓPIA CONTROLADA </div> |
|---|---|

6.3.6.2 Procedimento

6.3.6.2.1 Uma porção de 15 mL de solução de amostra, a que foram adicionados 3 mL de ácido clorídrico, atende aos requisitos do teste, sendo a adição do ácido sulfúrico 7 N omitido;

6.3.6.2.2 Critério de aceitação: Não mais que 8 ppm.

6.4 Doseamento^b

6.4.1 Para o resíduo obtido em perda por incineração, adicionar 0,2 mL de Ácido sulfúrico e Álcool suficiente para molhar o resíduo completamente;

6.4.2 Adicionar 6 mL de ácido fluorídrico e evaporar até secura em uma placa quente entre 95 a 105° C, tendo o cuidado de evitar a perda de pó;

6.4.3 Lavar as paredes da placa com 6 mL de ácido fluorídrico e evaporar até a secura;

6.4.4 Submeter a ignição a 900 ± 50 °C;

6.4.5 Deixar esfriar em dessecador e pesar;

6.4.6 A diferença entre a massa do resíduo final e a massa do resíduo obtidos no ensaio de resíduo por incineração dá a quantidade de SiO₂ e a quantidade da substância para o produto examinado;

6.4.7 Critério de aceitação: Entre 99,0% e 100,5% de SiO₂.

7. FREQUÊNCIA

7.1 De acordo com a necessidade de análise do produto.

8. RESPONSABILIDADES

| Atividades | Técnico | Chefia da DIFIQ | Coordenação do COQUA |
|--|---------|-----------------|----------------------|
| Realização das análises físico-químicas da matéria-prima Dióxido de silício coloidal | X | X | |
| Aprovação ou reprovação da matéria-prima | | X | X |