ГОСТ 22552.2—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПЕСОК КВАРЦЕВЫЙ, МОЛОТЫЕ ПЕСЧАНИК, КВАРЦИТ И ЖИЛЬНЫЙ КВАРЦ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1. **РАЗРАБОТАН Госстандартом России**

   ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2. **ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.**

   За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3. **Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 22552.2—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 22552.2—77**

5. **Переиздание. Июнь 1997 г.**

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

к ГОСТ 22552.2—93 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Методы определения оксида железа

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 3.3.2. Второй абзац	0,05 %	0,005 %

(ИУС № 2 2001 г.)

УДК 666.122.2:546.723.31.06:006.354 Группа А59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПЕСОК КВАРЦЕВЫЙ, МОЛОТЫЕ ПЕСЧАНИК, КВАРЦИТ И ЖИЛЬНЫЙ КВАРЦ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Методы определения оксида железа

ГОСТ 22552.2—93

Quartz sand, ground sandstone, quartzite and veiny quartz for glass industry. Methods for determination of ferric oxide

ОКСТУ 5726

Дата введения 01.01.95

Настоящий стандарт распространяется на кварцевый песок, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц, предназначенные для стекольной промышленности, и устанавливает фотоколориметрические методы определения оксида железа с использованием 1,10-фенантролина, роданистого аммония или калия и сульфосалициловой кислоты.

При разногласиях массовую долю оксида железа определяют по разд. 2.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22552.0.

2. МЕТОД С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ 1,10-ФЕНАНТРОЛИНА

Сущность метода заключается в образовании оранжево-красного комплексного соединения ионов Fe^{2+} с 1,10-фенантролином (λ=508 нм). Ионы Fe^{3+} предварительно восстанавливаются до Fe^{2+} солянокислым гидроксиламином. Относительная погрешность метода 9 %.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и пределом взвешивания 200 г.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Издание официальное

Колориметр фотоэлектрический типа КФК-2 или спектрофотоколориметр.

Посуда платиновая по ГОСТ 6563.

Чашки и тигли из стеклоуглерода.

Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484 х.ч. или ос.ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, концентрированный и разбавленный 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и разбавленная 1:3.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм^3.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 400 г/дм^3.

1,10-фенантролин, спиртовой раствор 10 г/дм^3.

Квасцы железоаммонийные по нормативной документации.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 20 г/дм^3.

Натрия гидроксид.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Железа оксид.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610.

Индикатор метиловый красный, спиртовой раствор 1 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 5 г/дм^3.

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. *Приготовление стандартных растворов оксида железа (III)*

2.2.1.1. Раствор А, содержащий 1 мг/см^3 оксида железа (III), готовят из:

железоаммонийных квасцов: 6,0397 г* железоаммонийных квасцов растворяют в 100 см^3 воды, подкисленной 30 см^3 раствора соляной кислоты (1:3), и разбавляют водой до 1 дм^3. Точную концентрацию раствора устанавливают гравиметрическим методом.

Для этого в три стакана вместимостью 300 см^3 отмеряют из бюретки 10, 20, 30 см^3 стандартного раствора, разбавляют до 100—150 см^3 водой, нагревают до кипения и осаждают гидроксид железа аммиаком в присутствии метилрота. Полученный осадок фильтруют

*Железоаммонийные квасцы следует предварительно проанализировать. В том случае, если они выветрились и содержание оксида железа изменилось, следует пересчитать массу навески.

через фильтр с белой лентой, промывают горячим раствором азотнокислого аммония, в который добавлено несколько капель аммиака, до отрицательной реакции на ион хлора (проба с раствором азотнокислого серебра). Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель, озоляют и прокаливают до постоянной массы при 800—850 °С. Тигель с прокаленным осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают;

оксида железа: 1 г высушенного при (110±5) °С в течение 1 ч оксида железа помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, приливают 100 см^3 соляной кислоты 1:1 и, накрыв колбу, нагревают на водяной бане до полного растворения. Затем раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой до метки и перемешивают;

карбонильного железа: 0,6994 г карбонильного железа растворяют в 100 см^3 соляной кислоты 1:1 при умеренном нагревании, добавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания, нагревают до удаления оксидов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Допускается приготовление стандартных растворов оксида железа (III) из Государственных стандартных образцов состава стекла.

2.2.1.2. Раствор Б, содержащий 0,1 мг/см^3 оксида железа (III), готовят разбавлением раствора А в 10 раз.

2.2.1.3. Раствор В, содержащий 0,01 мг/см^3 оксида железа (III), готовят разбавлением раствора Б в 10 раз.

Растворы Б и В готовят непосредственно перед использованием.

2.2.2. *Разложение пробы песка*

Масса навески песка должна составлять 0,5 г, если массовая доля оксида железа менее 0,1 %, и 0,10 г, если массовая доля оксида железа 0,1 % и более.

2.2.2.1. *Кислотное разложение*

Навеску песка помещают в платиновую чашку, смачивают несколькими каплями воды и смешивают платиновым шпателем с 0,5 см^3 серной кислоты и 7—10 см^3 плавиковой кислоты. Параллельно через весь ход анализа проводят контрольный опыт на чистоту реактивов. Смесь выпаривают на электрической плитке со слабым нагревом или на кипящей водяной бане, периодически помешивая платиновым шпателем, до удаления плавиковой кислоты, пока содержимое чашки не примет в горячем виде сиропообразную консистенцию.

Остаток солей в чашке растворяют в горячей воде с добавлением 0,5 см^3 серной кислоты, осторожно помешивая и подогревая на электрической плитке. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и используют для колориметрирования весь раствор.

2.2.2.2. *Разложение сплавлением*

3 г гидроксида натрия взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и помещают в платиновую чашку или тигель из стеклоуглерода. Щелочь расплавляют на электрической плитке. Затем чашку или тигель охлаждают в эксикаторе.

Навеску песка, взятую по разности, распределяют тонким слоем по поверхности охлажденного гидроксида натрия при помощи платинового шпателя, добавляют несколько кристалликов азотнокислого калия и сплавляют содержимое чашки на электрической плитке. Для равномерного сплавления сплав периодически перемешивают платиновым шпателем. Перед окончанием сплавления температуру следует слегка повысить, чтобы достигнуть более полного сплавления. Чашку или тигель вместе со шпателем охлаждают в эксикаторе. К охлажденному сплаву приливают теплую дистиллированную воду, растворяют при нагревании и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем доводят до 60—70 см^3 водой и перемешивают. К охлажденному раствору медленно при постоянном перемешивании приливают 2,5 см^3 серной кислоты.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. В мерную колбу вместимостью 100 см^3, содержащую раствор, приготовленный по п. 2.2.2.1 или 2.2.2.2, приливают 5 см^3 раствора гидроксиламина и добавляют раствор уксуснокислого натрия до pH 3,0 (pH контролируют с помощью универсальной индикаторной бумаги). Затем прибавляют 2 см^3 раствора 1,10-фенантролина, доливают водой до метки и перемешивают. Через 40 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя зеленый светофильтр с λ =540 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, приготовленный так же, как испытуемый раствор.

Массу оксида железа (III) в испытуемом растворе в миллиграммах находят по градуировочному графику.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 приливают из бюретки 0,5,

1,0, 1,5, 2,0, 2,5, 3,0, 3,5, 4,0, 4,5, 5,0 см стандартного раствора Б, содержащего 0,1 мг/см^3 оксида железа (III), приливают 5 см^3 раствора гидроксиламина, затем по 10 см^3 раствора уксуснокислого натрия, 2 см^3 раствора 1,10-фенантролина, доводят водой до метки и перемешивают. Одновременно готовят раствор сравнения. По полученным значениям оптических плотностей растворов и известным содержаниям оксида железа (III) строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю оксида железа (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса оксида железа в пробе, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески стекла, г.

2.4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать:

0,004 % — при массовой доле оксида железа менее 0,1 %;

0,01 % — при массовой доле оксида железа 0,1 % или более.

3. МЕТОД С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РОДАНИСТОГО АММОНИЯ

Сущность метода заключается в образовании окрашенного соединения иона железа (III) с роданид-ионом и измерении оптической плотности окрашенного раствора при λ = 520 нм. Относительная погрешность метода 15 %.

3.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и пределом взвешивания 200 г.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Колориметр фотоэлектрический типа КФК-2 или спектрофотометр.

Посуда платиновая по ГОСТ 6563.

Тигли из стеклоуглерода по НТД.

Натрия гидроксид.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и раствор 50 г/дм^3.

Квасцы железоаммонийные по нормативной документации.

Железа оксид.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор 100 г/дм^3.

Стандартные растворы оксида железа, готовят по п. 2.2.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску песка сплавляют с гидроксидом натрия, как указано в п. 2.2.2.2. Охлажденный сплав растворяют в теплой дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора в колбе при этом должен быть 70—75 см^3. К охлажденному раствору медленно, при постоянном перемешивании, приливают 5 см^3 серной кислоты.

Раствор в колбе охлаждают и доводят дистиллированной водой до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают. Затем отбирают пипеткой 20 см^3 раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доводят до метки раствором роданистого аммония, тщательно перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют при 520 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм относительно раствора контрольного опыта.

Массу оксида железа (III) в испытуемом растворе в миллиграммах находят по градуировочному графику.

3.2.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 25 см^3 приливают из бюретки 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 см^3 стандартного раствора В, содержащего 0,01 мг/см^3 оксида железа (III), приливают раствор серной кислоты 5 г/дм^3 в количестве (20—V) см^3, где V — объем стандартного раствора, см^3, прибавленного в колбу. Содержимое перемешивают и во все колбы до метки приливают раствор роданистого аммония. Раствор в колбах тщательно перемешивают. Одновременно готовят раствор сравнения, не содержащий оксида железа: в мерную колбу приливают 20 см^3 раствора серной кислоты 5 г/дм^3 и 5 см^3 раствора роданистого аммония, тщательно перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют при 520 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм относительно раствора сравнения. По полученным значениям оптических плотностей растворов и известным содержаниям оксида железа (III) строят градуировочный график.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Обработка результатов — по п. 2.4.1.

3.3.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать:

0,05 % — при массовой доле оксида железа менее 0,1 %;

0,01 % — при массовой доле оксида железа 0,1 % или более.

4. МЕТОД С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТЫ

Сущность метода заключается в образовании сульфосалицилата железа, окрашенного в аммиачной среде при pH 8—11,5 в желтый цвет, и последующем его фотоколориметрировании. Относительная погрешность метода 15 %.

4.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и пределом взвешивания 200 г.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Колориметр фотоэлектрический по нормативной документации типа КФК-2 или спектрофотометр.

Посуда платиновая по ГОСТ 6563.

Кислота фтористоводородная (плавиковая) ос.ч. по НТД или х.ч. по ГОСТ 10484.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и разбавленная 1:1, 1:3.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор 20 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, концентрированный и раствор 100 г/дм^3.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 1 моль/дм^3.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 20 г/дм^3.

Квасцы железоаммонийные по нормативной документации.

Железа оксид.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610.

Стандартные растворы оксида железа, готовят по п. 2.2.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску песка помещают в платиновую чашку и подвергают кислотному разложению по п. 2.2.2.1. Остаток солей в чашке растворяют в горячей воде с добавлением 1—1,5 см^3 соляной кислоты и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3.

В колбу прибавляют 10 см^3 раствора хлористого аммония 1 моль/дм^3, 15 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и раствора аммиака 100 г/дм^3 сначала до устойчивого желтого окрашивания и сверх того 3 см^3, после чего разбавляют водой до метки. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, приготовленный так же, как испытуемый.

Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют на фотоколориметре по отношению к контрольному раствору, пользуясь синим светофильтром (λ =450 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. Массовую долю оксида железа (III) определяют по градуировочному графику.

4.2.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 отмеряют бюреткой 0,5, 1,0, 1,5, 2,0, 2,5, 3,0, 3,5, 4,0, 4,5, 5,0 см^3 стандартного раствора Б, содержащего 0,1 мг/см^3 оксида железа. По полученным значениям оптических плотностей растворов и известным содержаниям оксида железа (III) строят градуировочный график.

4.3. Обработка результатов

4.3.1. Обработка результатов — по п. 2.4.1.

4.3.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений — по п. 3.3.2.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 199—78	2.1
ГОСТ 1277—75	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1; 4.1
ГОСТ 3760—79	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 3773—72	4.1
ГОСТ 4204—77	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4217—77	2.1; 3.1
ГОСТ 4461—77	4.1
ГОСТ 4478—78	4.1
ГОСТ 5456—79	2.1
ГОСТ 6563—75	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 7328—82	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 10484—78	2.1; 4.1
ГОСТ 13610—79	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 18300—87	2.1
ГОСТ 22552.0—77	1.1
ГОСТ 22867—77	2.1; 4.1
ГОСТ 24104—88	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 27067—86	3.1

к ГОСТ 22552.2—93 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Методы определения оксида железа

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 3.3.2. Второй абзац	0,05 %	0,005 %

(ИУС № 2 2001 г.)

gost.e-ecolog.ru