МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
22552.4—
2019**

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

Методы определения диоксида титана

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

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 Открытым акционерным обществом «Институт стекла», Техническим комитетом по стандартизации ТК 41 «Стекло»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2019 г. № 120-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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 октября 2019 г. № 916-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 22552.4—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 22552.4—77

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

© Стандартинформ, оформление, 2019

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 Определение диоксида титана фотоколориметрическим методом 2
5 Определение диоксида титана рентгеноспектральным флуоресцентным методом 4
6 Оформление результатов анализов 4

МКС 81.040.10

Поправка к ГОСТ 22552.4—2019 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Методы определения диоксида титана

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)

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

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

Методы определения диоксида титана

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

Дата введения — 2020—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кварцевый песок, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц (далее — песок), предназначенные для стекольной промышленности, и устанавливает методы количественного определения массовой доли диоксида титана:

- фотоколориметрический метод определения массовой доли оксида титана;
- метод рентгеноспектрального флуоресцентного анализа определения массовой доли диоксида титана.

Методы, установленные в настоящем стандарте, применяют при проведении сертификационных, приемо-сдаточных, периодических, исследовательских, контрольных и других видов испытаний.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 177 Водорода перекись. Технические условия

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

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

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7172 Реактивы. Калий пиросернокислый

ГОСТ 9808 Двуокись титана пигментная. Технические условия

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 22552.0—2019 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 22552.1—2019 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Методы определения диоксида кремния

ГОСТ 23932 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Издание официальное

ГОСТ OIML R 111-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_{1-2}, M_2, M_{2-3} и M_3. Часть 1. Метрологические и технические требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru о указателям национальных стандартов, издаваемых в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на ссылочный стандарт 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 стандарт 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 определения массовой доли диоксида титана — по ГОСТ 22552.0.

3.2 Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не ниже установленных, а также реактивов и лабораторной посуды, по качеству соответствующих указанным.

4 Определение диоксида титана фотоколориметрическим методом

4.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в образовании желтого перекисного соединения титана в разбавленном растворе серной кислоты и фотометрировании окрашенного раствора.

4.2 Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы

4.2.1 Для проведения анализа применяют:

- бюретки по ГОСТ 29251;
- весы по ГОСТ OIML R 76-1;
- колбы 1(2)-100(250, 500, 1000)-2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2-250 ТХС, Кн-2-500 ТХС, Кн-2-750 ТХС и Кн-2-1000 ТХС по ГОСТ 23932, ГОСТ 25336;
- колориметр фотоэлектрический или спектрофотоколориметр;
- набор гирь по ГОСТ OIML R 111-1;
- печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую:
- температуру нагрева до 1300 °С;
- поддержание температуры с погрешностью ±2 °С;
- пипетки номинальной вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 29227;
- тигли платиновые по ГОСТ 6563;
- чашки платиновые по ГОСТ 6563;
- шпатели платиновые по ГОСТ 6563;
- водорода перекись по ГОСТ 177, концентрированную и раствор в объемном соотношении 1:9;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- калий пиросернокислый по ГОСТ 7172;
- кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, концентрированную и раствор в объемном соотношении 28:972 (1:34,7);
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- титана диоксид по ГОСТ 9808;
- стандартные растворы диоксида титана.

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Перед проведением анализа диоксид титана прокаливают в платиновом тигле (чашке) в муфельной печи при температуре от 1000 °С до 1050 °С до постоянной массы.

4.3.2 Приготовление стандартных растворов диоксида титана

4.3.2.1 Раствор А готовят следующим образом: 0,5 г диоксида титана, взвешенные с погрешностью не более 0,0002 г, сплавляют в платиновом тигле (чашке) с от 6 до 7 г пиросернокислого калия, предварительно перемешав платиновым шпателем, в муфельной печи при температуре от 800 °С до 1000 °С до получения прозрачного плава. Плав охлаждают, помещают в колбу вместимостью 500 см^3 и выщелачивают горячей разбавленной серной кислотой, доливают кислотой до метки и перемешивают. Титр раствора определяют весовым методом.

4.3.2.2 Раствор Б готовят следующим образом: отбирают пипеткой 100 см^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг диоксида титана.

4.4 Проведение анализа

4.4.1 Навеску песка массой 1 г помещают в платиновый тигель (чашку), прокаливают при температуре от 1000 °С до 1200 °С в течение 1 ч и производят разложение смесью серной и фтористоводородной кислот, как указано в ГОСТ 22552.1 (подпункты 4.3.2 и 4.3.3).

К сухому остатку после удаления фтористого кремния приливают 15—20 см^3 разбавленной серной кислоты, нагревают до растворения и полученный раствор полностью переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Приливают равный объем разбавленной серной кислоты, 3 см^3 разбавленной перекиси водорода, от 1 до 2 капель ортофосфорной кислоты, доводят разбавленной серной кислотой до метки и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, содержащий в 100 см^3 объема 3 см^3 разбавленной перекиси водорода, от 2 до 3 капель ортофосфорной кислоты и разбавленную серную кислоту.

Оптическую плотность раствора определяют на фотоэлектроколориметре, применяя синий светофильтр с длиной волны равной (425 ± 25) нм в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит контрольный раствор.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание диоксида титана по градуировочному графику.

4.4.2 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 бюреткой отмеряют 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9 и 10 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9 и 1,0 мг диоксида титана. В каждую колбу приливают от 1 до 2 капель ортофосфорной кислоты, от 3 см^3 до 5 см^3 разбавленной перекиси водорода, доливают разбавленной серной кислотой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют, как указано в 4.4.1.

Раствором сравнения служит контрольный раствор.

Для построения градуировочного графика берут среднее арифметическое результатов трех измерений оптической плотности каждого раствора.

По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным содержаниям диоксида титана строят градуировочный график.

4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую долю диоксида титана X, %, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса диоксида титана в пробе, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески пробы, г.

4.5.2 Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,015 %.

5 Определение диоксида титана рентгеноспектральным флуоресцентным методом

5.1 Сущность метода

Сущность метода состоит в использовании зависимости между интенсивностью вторичного флуоресцентного излучения элементов, содержащихся в песке и концентрацией входящих в его состав диоксида титана.

5.2 Средства измерений, оборудование, реактивы

5.2.1 Для проведения анализа применяют:

- рентгенофлуоресцентные спектрометры, обеспечивающие точность анализа не ниже указанной в 4.5.2.

Допускается применение другой аппаратуры, оборудования и материалов, обеспечивающих точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

5.3 Подготовка пробы для измерений (анализа)

5.3.1 Подготовку пробы для анализа проводят в соответствии с методикой пробоподготовки, утвержденной в установленном порядке.

5.3.2 Для проведения анализа готовят два образца-излучателя (таблетки) в соответствии с инструкцией к спектрометру.

5.4 Проведение измерений

5.4.1 Подготовку измерительной аппаратуры к работе проводят в соответствии с инструкцией по ее эксплуатации.

5.4.2 Измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра и методикой выполнения измерений, утвержденной в установленном порядке.

5.5 Обработка результатов измерений

5.5.1 Обработку и оценку результатов измерений проводят в соответствии с методикой выполнения измерений, утвержденной в установленном порядке.

5.5.2 Результаты измерений признают правильными, если абсолютное расхождение двух результатов параллельных измерений не превышает 0,0021 %.

5.5.3 Если абсолютное расхождение между двумя результатами параллельных измерений превысит значение 0,0021 %, то проводят третье измерение на третьем образце-излучателе (таблетке). Если максимальное расхождение между тремя результатами измерений не превысит значение 0,0025 % (критический диапазон для трех параллельных измерений для доверительной вероятности 0,95), в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение трех результатов параллельных измерений.

Если максимальное расхождение между тремя результатами параллельных измерений превысит 0,0025 %, анализ повторяют на свежеприготовленных таблетках. Если при повторном анализе абсолютное расхождение между двумя результатами параллельных измерений превысит 0,0025 % , анализ данной пробы прекращают до установления и устранения причин, вызвавших повышенное рассеяние результатов.

6 Оформление результатов анализов

6.1 Результаты анализов, в том числе промежуточные, записывают в журнал. При необходимости результаты анализов оформляют протоколом, который содержит:

- наименование документа («Протокол анализа проб») и его идентификацию (например, номер и дату оформления), а также идентификацию каждой страницы, обеспечивающую признание страницы как части данного документа, четкую идентификацию конца документа и общее количество страниц;
- наименование, адрес и номер аттестата аккредитации испытательной (аналитической) лаборатории (при его наличии);
- наименование материала;
- наименование, адрес предъявителя/заказчика;

- идентификацию используемого метода;
- обозначение нормативного документа на песок кварцевый, молотых песчаника, кварцита и жильного кварца;
- сведения об отборе проб;
- количество испытанных проб;
- дату проведения испытания;
- обозначение настоящего стандарта;
- результаты анализа;
- фамилии, инициалы, должности и подписи руководителя испытательной (аналитической) лаборатории и сотрудников, проводивших анализ.

Протокол может содержать дополнительную информацию, необходимую для однозначного понимания и правильного применения результатов анализа.

УДК 666.122.2:546.824.31.06:006.354 МКС 81.040.10

Ключевые слова: кварцевый песок, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц, диоксид титана, обработка результатов

БЗ 11—2019/19

Редактор *П.К. Одинцов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.10.2019. Подписано в печать 25.10.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru