МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 22552.3— 2019

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

Методы определения оксида алюминия

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. № 915-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 22552.3—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 22552.3—93

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 оксида алюминия объемным комплексонометрическим методом (при массовой доле оксида алюминия более 0,1 %) 2
5 Определение оксида алюминия фотоколориметрическим методом с антразохромом (при массовой доле оксида алюминия до 2 %) 6
6 Определение оксида алюминия фотоколориметрическим методом с алюминоном (при массовой доле оксида алюминия до 0,5 %) 8
7 Определение оксида алюминия рентгеноспектральным флуоресцентным методом 10
8 Оформление результатов анализов 10

МКС 81.040.10

Поправка к ГОСТ 22552.3—2019 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Методы определения оксида алюминия

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 оксида алюминия

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

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 оксида алюминия:

- объемный комплексонометрический метод определения оксида алюминия (при массовой доле оксида алюминия более 0,1 %);
- фотоколориметрический метод определения оксида алюминия с антразохромом (при массовой доле оксида алюминия до 2 %);
- фотоколориметрический метод определения оксида алюминия с алюминоном (при массовой доле оксида алюминия до 0,5 %);
- рентгеноспектральный флуоресцентный метод анализа.

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 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

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

ГОСТ 2263[1)] Натр едкий технический. Технические условия

ГОСТ 3117 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4174 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4234 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55064—2012 «Натр едкий технический. Технические условия».

Издание официальное

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5456 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

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

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10398 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения основного вещества

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 13726 Ленты из алюминия и алюминиевых сплавов. Технические условия

ГОСТ 18300[1)] Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

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

ГОСТ 23932 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

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

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) 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

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) по 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 оксида алюминия — 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 не ниже указанных в настоящем стандарте.

4 Определение оксида алюминия объемным комплексонометрическим методом (при массовой доле оксида алюминия более 0,1 %)

4.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в образовании трилонатного комплекса алюминия при pH = 5,2—5,8 и титровании избытка трилона Б раствором сернокислого цинка.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

4.2 Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы

4.2.1 Для проведения анализа применяют:

- баню водяную, обеспечивающую температуру воды до 100 °С;
- бюретки по ГОСТ 29251;
- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1;
- колбы 1(2)-100(250, 500, 1000)-2 по ГОСТ 1770;
- колба Кн-2-250 ТХС, Кн-2-500 ТХС, Кн-2-750 ТХС и Кн-2-1000 ТХС по ГОСТ 23932, ГОСТ 25336;
- набор гирь по ГОСТ OIML R 111-1;
- электроплитку по ГОСТ 14919;
- чашки платиновые по ГОСТ 6563;
- чашку фарфоровую по ГОСТ 9147;
- шпатели платиновые по ГОСТ 6563;
- аммиак водный по ГОСТ 3760 концентрированный и раствор массовой концентрации (*С*), равной 100 г/дм^3;
- аммоний хлористый по ГОСТ 3773;
- аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор массовой концентрации (*С*), равной 100 г/дм^3;
- калий хлористый по ГОСТ 4234;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461,
- кислоту серную по ГОСТ 4204;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- кислоту уксусную по ГОСТ 61;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
- соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (ди-Na-ЭДТА) (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации *с* (ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3;
- соль цинка раствор молярной концентрации точно 0,025 моль/дм^3, готовят по 4.3 3 (для определения коэффициента молярности раствора трилона Б);
- цинк металлический гранулированный по нормативному документу;
- цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, раствор молярной концентрации *с* ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,025 моль/дм^3.

4.2.2 Индикаторы

4.2.2.1 Для проведения анализа применяют:

- бумагу индикаторную универсальную для определения pH;
- бумагу индикаторную «конго»;
- кислотный хром темно-синий (2-(5-хлор-2-оксифения)-азо-1,8-диоксинафталин-3,6-дисульфокислоты динатриевая соль), готовят по 4.2.2.2;
- ксиленоловый оранжевый, раствор массовой концентрации (*С*) равной 2 г/ м^3; хранят в герметично закрытой банке из темного стекла;
- эриохром черный Т (1-(1-окси-2-нафтилазо)-6-нитро-2-нафтол-4-сульфокислоты натриевая соль), сухая индикаторная смесь с хлористым калием в соотношении 2:100, хранят в герметично закрытой банке из темного стекла.

4.2.2.2 Приготовление индикаторов

Кислотный хром темно-синий (2-(5-хлор-2-оксифения)-азо-1,8-диоксинафталин-3,6-дисульфокислоты динатриевая соль) готовят следующим образом: 0,15 г индикатора растворяют в 5 см^3 аммиачного буферного раствора, добавляют 20 см^3 этилового спирта и перемешивают.

4.2.3 Буферные растворы

4.2.3.1 Приготовление буферного раствора с pH 5,5—6,0

Ацетатный буферный раствор с pH 5,5—6,0, готовят следующим образом: 100 г уксуснокислого аммония, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 300—400 см^3 воды (для лучшего растворения раствор подогревают). Фильтруют, добавляют 10 см^3 уксусной кислоты, перемешивают и

доводят объем раствора водой до 1 дм^3. pH буферных растворов проверяют на pH-метре и при необходимости добавляют кислоты, аммиака или щелочи.

4.2.3.2 Приготовление буферного раствора с pH 9,5—10,0

Аммиачный буферный раствор с pH 9,5—10,0 готовят следующим образом: 54 г хлористого аммония растворяют в 200 см^3 воды, к полученному раствору прибавляют 350 см^3 концентрированного раствора аммиака и доводят объем раствора водой до 1 дм^3.

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Приготовление титрованных растворов проводят по ГОСТ 10398.

4.3.2 Раствор трилона Б молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3 готовят следующим образом: 9,31 г трилона Б растворяют в воде и доводят объем водой до 1 дм^3. Раствор хранят в полиэтиленовых или стеклянных, парафинированных изнутри сосудах.

Допускается приготовление раствора из стандарт-титра трилона Б.

4.3.3 Раствор соли цинка молярной концентрации точно 0,025 моль/дм^3 (для установки коэффициента молярности раствора трилона Б) готовят следующим образом: 1,6345 г цинка, свежеочищенного стальным ножом от окиси цинка, измельчают в стружку и сразу же помещают в фарфоровую чашку и растворяют при медленном нагревании на водяной бане в смеси 100 см^3 воды и 15 см^3 концентрированной азотной кислоты, накрыв чашку часовым стеклом, затем тщательно смывают стекло водой, собирая ее в ту же чашку, и упаривают раствор до объема от 3 до 4 см^3. Остаток из чашки количественно переносят, смывая стенки чашки водой, в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят объем раствора водой до метки.

Раствор годен в течение 30 сут.

4.3.4 Коэффициент молярности раствора трилона Б молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3 определяют по соли цинка следующим образом: 25 см^3 раствора соли цинка молярной концентрации 0,025 моль/дм^3 помещают в коническую колбу, прибавляют 70 см^3 воды, 10 см^3 буферного аммиачного раствора, 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т или от 10 до 12 капель раствора кислотного хрома темно-синего.

Раствор перемешивают и титруют из бюретки раствором трилона Б до перехода фиолетово-красной окраски в синюю (при применении эриохрома черного Т) или малиновой в неизменяющуюся синюю (при применении кислотного хрома темно-синего). Отмечают объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование.

Коэффициент молярности для раствора трилона Б молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = = 0,025 моль/дм^3 K вычисляют по формуле

$$K = \frac{25}{V}, \qquad (1)$$

где V — объем раствора трилона Б молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3.

Допускается устанавливать коэффициент молярности раствора трилона Б по Государственному стандартному образцу состава стекла, а также по стандарт-титру сернокислого магния.

4.3.5 Рабочий раствор 7-водного сернокислого цинка молярной концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,025 моль/дм^3 для титрования оксида алюминия готовят следующим образом: 7,2 г 7-водного сернокислого цинка помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в воде и доводят объем раствора водой до метки.

Коэффициент соответствия рабочего раствора 7-водного сернокислого цинка определяют следующим образом: в коническую колбу для титрования отмеряют бюреткой 10 см^3 раствора трилона Б молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3, прибавляют 70 см^3 воды и нагревают до 50 °С. Опускают в раствор индикаторную бумагу «конго» и прибавляют аммиак по каплям до покраснения бумаги. Затем добавляют 20 см^3 ацетатного буферного раствора, нагревают до кипения и титруют из бюретки рабочим раствором сернокислого цинка молярной концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = = 0,025 моль/дм^3 с индикатором ксиленоловым оранжевым до перехода желтой окраски раствора в фиолетово-красную. Отмечают объем 7-водного сернокислого цинка, израсходованный на титрование. Коэффициент соответствия рабочего раствора 7-водного сернокислого цинка молярной концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,025 моль/дм^3 K_1 для титрования вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{K \cdot 10}{V_1}, \quad (2)$$

где K — коэффициент молярности раствора трилона Б молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = = 0,025 моль/дм^3;

V_1 — объем рабочего раствора 7-водного сернокислого цинка, израсходованного на титрование, см^3.

Коэффициент молярности раствора трилона Б и коэффициент соответствия сульфата цинка должны быть 0,95—1,05.

4.4 Проведение анализа

4.4.1 Масса используемой навески песка в зависимости от массовой доли оксида алюминия указана в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида алюминия, %	Масса навески песка, г	Объем приливаемого раствора трилона Б, см^3
От 0,05 до 0,3 включ.	0,5	5
Св. 0,3 » 1,0 »	0,2	5
» 1,0 » 2,0 »	0,2	5
» 2,0 » 4,0 »	0,2	10

4.4.2 Навеску песка помещают в платиновую чашку, смачивают водой и смешивают платиновым шпателем с серной кислотой в объеме от 1 до 2 см^3 и от 8 до 10 см^3 фтористоводородной кислоты. Смесь выпаривают на электрической плитке со слабым нагревом до удаления паров плавиковой кислоты, периодически перемешивая. Затем повышают температуру нагрева до обильного выделения белых паров серной кислоты, пока содержимое чашки не примет в горячем виде сиропообразную консистенцию.

Полученный остаток солей полностью растворяют при нагревании в небольшом количестве воды и соляной кислотой от 3 до 5 см^3. Раствор переносят в коническую колбу для титрования вместимостью 250 см^3 и прибавляют раствор трилона Б. Объем приливаемого раствора трилона Б в зависимости от содержания оксида алюминия указан в таблице 1. Раствор нагревают до 50 °С и прибавляют по каплям раствор аммиака массовой концентрации ($С$) равной 100 г/дм^3 до покраснения бумаги «конго». При отсутствии бумаги «конго» добавляют от 2 до 3 капель ксиленолового оранжевого и приливают аммиак до изменения окраски индикатора. Затем прибавляют 20 см^3 ацетатного буферного раствора, кипятят от 1 до 2 мин, приливают 10 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина, после чего сразу же в горячем состоянии титруют из бюретки раствором сернокислого цинка молярной концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,025 моль/дм^3 с индикатором ксиленоловым оранжевым до перехода желтой окраски раствора в фиолетово-красную. Отмечают объем раствора сернокислого цинка, израсходованный на титрование.

4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую долю оксида алюминия X, в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V \cdot K \cdot V_1 \cdot K_1) \cdot 0{,}001275 \cdot 100}{m} - 0{,}6384X_1 - 0{,}6380X_2, \quad (3)$$

где V — объем раствора трилона Б молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

V_1 — объем раствора сернокислого цинка молярной концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = = 0,025 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент молярности раствора трилона Б молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = = 0,025 моль/дм^3;

K_1 — коэффициент соответствия раствора сернокислого цинка молярной концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,025 моль/дм^3;

0,001275 — масса оксида алюминия, соответствующая 1 см^3 молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3 раствора трилона Б, г;

m — масса навески песка, г;

X_1 — массовая доля оксида железа (III), %;

0,6384 — коэффициент пересчета массовой доли оксида железа на оксид алюминия;

X_2 — массовая доля оксида титана, %;

0,6380 — коэффициент пересчета оксида титана на оксид алюминия.

4.5.2 Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать:

0,05 % — при массовой доле оксида алюминия в песке до 0,8 %;

0,1 % — при массовой доле оксида алюминия в песке более 0,8 %.

5 Определение оксида алюминия фотоколориметрическим методом с антразохромом (при массовой доле оксида алюминия до 2 %)

5.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в образовании комплексного соединения алюминия с антрозохромом в уксуснокислой среде при pH 4,8—4,9 и фотометрировании окрашенного раствора при длине волны λ = 590 нм.

5.2 Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы

5.2.1 Для проведения анализа применяют:

- баню водяную, обеспечивающую температуру воды до 100 °С;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и пределом взвешивания 200 г;
- колориметр фотоэлектрический или спектрофотоколориметр;
- электроплитку по ГОСТ 14919;
- бюретки по ГОСТ 29251;
- колбы 1(2)-100(250, 500, 1000)-2 по ГОСТ 1770;
- колба Кн-2-250 ТХС, Кн-2-500 ТХС, Кн-2-750 ТХС и Кн-2-1000 ТХС по ГОСТ 23932, ГОСТ 25336;
- набор гирь по ГОСТ OIML R 111-1;
- пипетки номинальной вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 29227;
- чашки платиновые по ГОСТ 6563;
- шпатели платиновые по ГОСТ 6563;
- алюминий металлический по ГОСТ 13726;
- аммиак водный по ГОСТ 3760, концентрированный и раствор в объемном соотношении 1:2;
- аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор массовой концентрации (С) равной 50 г/дм^3;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор массовой концентрации (С) равной 10 г/дм^3;
- кислоту серную по ГОСТ 4204;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 концентрированную, раствор в объемном соотношении 1:1, раствор молярной концентрации c(HCl) = 1 моль/дм^3;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- натрий сернокислый по ГОСТ 4166;
- натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300,
- стандартный образец состава натрий-кальций-силикатного стекла.

5.2.2 Индикаторы

5.2.2.1 При проведении анализа применяют:

- α-динитрофенол, спиртовой раствор массовой концентрации ($С$) равной 1 г/дм^3;
- β-динитрофенол, водный раствор массовой концентрации ($С$) равной 1 г/дм^3;
- антразохром, раствор массовой концентрации ($С$) равной 1,5 г/дм^3.

5.2.3 Приготовление фонового раствора

Фоновый раствор готовят следующим образом: 2 г сернокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в 200—300 $см^3$ воды, прибавляют 40 $см^3$ соляной кислоты, 0,64 $см^3$ серной кислоты и доводят водой до метки.

5.3 Подготовка к анализу

Стандартный раствор, массовой концентрации (*С*) равной 0,01 мг/$см^3$ оксида алюминия, готовят из ГСО стекла:

помещают в платиновую чашку 0,5882 г ГСО 5456-90, приливают 7—10 $см^3$ фтористоводородной кислоты и 1,0—1,5 $см^3$ серной кислоты и смешивают платиновым шпателем. Содержимое чашки выпаривают при периодическом перемешивании на электрической плитке до прекращения выделения белых паров серного ангидрида. Сухой остаток растворяют при кипячении в 4—5 $см^3$ соляной кислоты и 30—40 $см^3$ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают.

Допускается приготовление стандартного раствора оксида алюминия из металлического алюминия: 0,2647 г алюминия растворяют при нагревании в 20 $см^3$ соляной кислоты 1:1, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. Приготовленный раствор массовой концентрации (*С*) равной 1 мг/$см^3$ оксида алюминия. Непосредственно перед употреблением готовят раствор, массовой концентрации (*С*) равной 0,01 мг/$см^3$ оксида алюминия следующим образом: 5 $см^3$ раствора, массовой концентрации (*С*) равной 1 мг/$см^3$ оксида алюминия, помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, приливают 50 $см^3$ раствора соляной кислоты в объемном соотношении 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

5.4 Проведение анализа

5.4.1 Навеску песка массой от 0,10 до 0,25 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой и приливают 1 $см^3$ серной кислоты и 5—7 $см^3$ фтористоводородной кислоты и перемешивают платиновым шпателем. Содержимое чашки выпаривают при периодическом перемешивании на электрической плитке до прекращения выделения белых паров серного ангидрида. Сухой остаток растворяют при кипячении в 4—5 $см^3$ соляной кислоты и 30—40 $см^3$ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают.

5.4.2 Аликвотную часть раствора 10—25 $см^3$ помещают в колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 5 $см^3$ раствора гидроксиламина гидрохлорида и 5 $см^3$ раствора фона (по 5.2.2), нагревают в течение 3—5 мин на водяной бане, охлаждают, приливают 20 $см^3$ холодной дистиллированной воды, 2 капли α-динитрофенола или β-динитрофенола. Одновременно готовят контрольный раствор, содержащий все реактивы, кроме раствора пробы. Раствор в колбе осторожно по каплям нейтрализуют раствором аммиака в объемном соотношении 1:2 до появления слабо-желтого окрашивания. Затем по каплям приливают раствор соляной кислоты молярной концентрации $c(HCl)$ = 1 моль/$дм^3$ до исчезновения окраски и 3 $см^3$ раствора соляной кислоты. Пипеткой приливают 10 $см^3$ раствора антразохрома и затем 16 $см^3$ раствора уксуснокислого аммония или уксуснокислого натрия. Раствор доводят до метки холодной водой, перемешивают и через 30 мин измеряют оптическую плотность. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоколориметре при λ = 590 нм, в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 10 мм. По полученным значениям оптических плотностей растворов и известным содержаниям (концентрациям) оксида алюминия строят градуировочный график.

5.4.3 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$ каждая бюреткой отмеряют 3, 4, 5, 6, 8, 10, 12 $см^3$ раствора, массовой концентрации (*С*) равной 0,01 мг/$см^3$ оксида алюминия. В каждую колбу приливают по 5 $см^3$ раствора гидроксиламина гидрохлорида, 5 $см^3$ раствора фона, добавляют 2 капли α-динитрофенола или β-динитрофенола, осторожно, по каплям (1—2) нейтрализуют раствором аммиака до слабо-желтого окрашивания. Одновременно готовят контрольный раствор, содержащий все реактивы, кроме стандартного раствора оксида алюминия. Затем в колбы добавляют по каплям раствор соляной кислоты молярной концентрации $c(HCl)$ = 1 моль/$дм^3$ до исчезновения желтой окраски, и затем еще добавляют 3 $см^3$ соляной кислоты. Приливают пипеткой в каждую колбу по 10 $см^3$ раствора антразохрома и затем по 15 $см^3$ раствора уксуснокислого аммония или натрия. Растворы доводят до метки холодной водой, перемешивают и через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре при λ = 590 нм, в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 10 мм. Массу оксида алюминия в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 Массовую долю оксида алюминия X, в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_3}, \quad (4)$$

где m_1 — масса оксида алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

V_2 — объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески песка, г;

V_3 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3.

5.5.2 Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать:

0,03 % — при массовой доле оксида алюминия в песке от 0,05 % до 0,5 %;

0,10 % — при массовой доле оксида алюминия в песке св. 0,5 % до 2 %.

6 Определение оксида алюминия фотоколориметрическим методом с алюминоном (при массовой доле оксида алюминия до 0,5 %)

6.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в образовании розово-красного комплексного соединения алюминия с алюминоном в уксуснокислой среде при pH = 5,0—6,0 и фотометрировании окрашенного раствора.

6.2 Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы

6.2.1 Для проведения анализа применяют:

- баню водяную, обеспечивающую температуру воды до 100 °С;
- бюретки по ГОСТ 29251;
- бумагу индикаторную универсальную;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и пределом взвешивания 200 г;
- колбы 1(2)-100(250, 500, 1000)-2 по ГОСТ 1770;
- колба 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 1000 °С;
  - поддержание температуры с погрешностью ± 2 °С;
- пипетки номинальной вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 29227;
- чашки платиновые по ГОСТ 6563;
- тигли платиновые по ГОСТ 6563;
- алюминон по нормативному документу, раствор молярной концентрации $c(C_{22}H_{23}N_3O_9)$ = = 0,1 моль/дм^3 (свежеприготовленному раствору дают отстояться 24 ч; годен к употреблению в течение 4 сут.;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту аскорбиновую по нормативному документу, раствор молярной концентрации c равной 2 моль/дм^3, годен в течение 5 сут.;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, концентрированную и раствор в объемном соотношении 1:9;
- кислоту уксусную по ГОСТ 61;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- натр едкий по ГОСТ 2263, раствор молярной концентрации c(NaOH) = 0,1 моль/дм^3;
- натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199.

6.2.2 Приготовление буферного раствора

Для приготовления буферного раствора с pH 5—6 берут: 6,8 г уксуснокислого натрия растворяют в 1000 см^3 воды, приливают 3 см^3 уксусной кислоты и перемешивают.

6.2.3 Стандартные растворы оксида алюминия готовят по 5.3.

6.3 Проведение анализа

6.3.1 Масса навески песка для проведения анализа в зависимости от массовой доли оксида алюминия указана в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида алюминия, %	Масса навески песка, г	Объем аликвотной части раствора, $см^3$
От 0,01 до 0,02 включ.	1,0	Весь раствор
Св. 0,02 » 0,04 »	0,5	Весь раствор
» 0,04 » 0,10 »	0,5	40
» 0,10 » 0,30 »	0,5	10—20
» 0,30 » 0,50 »	0,1	20—40

6.3.2 Навеску песка помещают в платиновый тигель или чашку, прокаливают в муфельной печи при температуре от 700 °С до 750 °С в течение от 15 до 20 мин, охлаждают и разлагают смесью серной и фтористоводородной кислоты, как указано в ГОСТ 22552.1—2019 (подпункт 4.3.2).

К сухому остатку после удаления четырехфтористого кремния приливают 1 $см^3$ раствор серной кислоты в объемном соотношении 1:9, горячей воды до объема от 10 до 15 $см^3$ и кипятят до полного растворения солей. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ (при массовой доле оксида алюминия от 0,01 % до 0,04 %).

6.3.3 К раствору по каплям приливают раствор едкого натра молярной концентрации c(NaOH) =1 моль/$дм^3$ до pH = 5,0 (проверяют по универсальной индикаторной бумаге) и воды до объема 20 $см^3$, затем пипеткой приливают 1,5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, 2 $см^3$ раствора алюминона, доливают буферным раствором до метки, перемешивают и помещают на 5 мин на водяную баню, нагретую до 90 °С. Охлаждают до комнатной температуры и оптическую плотность раствора измеряют через 25 мин, на фотоколориметре, применяя зеленый светофильтр при λ = 536 нм в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм.

6.3.4 Раствор, полученный по 6.3.2 (при массовой доле оксида алюминия от 0,04 % до 0,5 %), доливают водой до метки и перемешивают. Затем отмеривают пипеткой аликвотную часть раствора в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Объем аликвотной части раствора в зависимости от массовой доли оксида алюминия указан в таблице 2. Далее анализ продолжают, как указано в 6.3.3.

6.3.5 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$ отмеривают бюреткой 2; 4; 6; 8; 10; 12; 14; 16; 18 и 20 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6; 1,8 и 2,0 мг оксида алюминия; в одиннадцатую колбу стандартный раствор Б не помещают. Приливают в каждую колбу воду до объема 20 $см^3$ и пипеткой по 4,5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты и по 2 $см^3$ раствора алюминона.

Раствором сравнения служит содержимое колбы, в которой стандартный раствор Б отсутствует. Для построения градуировочного графика берут среднее арифметическое результатов трех измерений оптической плотности каждого раствора.

По полученным средним значениям оптической плотности и известным содержаниям окиси алюминия строят градуировочный график.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю оксида алюминия X, в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_3 \cdot 1000}, \quad (5)$$

где m_1 — масса оксида алюминия, найденная по градуировочному графику, мг;

V_2 — объем анализируемого раствора, $см^3$;

V_3 — объем аликвотной части анализируемого раствора, $см^3$;
m — масса навески песка, г.

6.4.2 Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,005 %.

7 Определение оксида алюминия рентгеноспектральным флуоресцентным методом

7.1 Сущность метода

Сущность метода состоит в использовании зависимости между интенсивностью вторичного флуоресцентного излучения элементов, содержащихся в песке, и концентрацией входящего в его состав оксида алюминия.

7.2 Средства измерений, оборудование, реактивы

7.2.1 Для проведения анализа применяют:

- рентгенофлуоресцентные спектрометры, обеспечивающие точность анализа не ниже установленных в 4.5.2, 5.5.2, 6.4.2.

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

7.3 Подготовка пробы для измерений (анализа)

7.3.1 Подготовку пробы для анализа проводят в соответствии с Методикой пробоподготовки, утвержденной в установленном порядке.

7.3.2 Для проведения анализа готовят два образца-излучателя (таблетки).

7.4 Проведение измерений

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

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

7.5 Обработка результатов измерений

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

7.5.2 Результаты измерений признают правильными, если абсолютное расхождение двух результатов параллельных измерений не превышает 0,014 %.

7.5.3 Если абсолютное расхождение между двумя результатами параллельных измерений превысит значение 0,014 %, то проводят третье измерение на третьем образце-излучателе (таблетке). Если максимальное расхождение между тремя результатами измерений не превысит значение 0,017 % (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 0,017 %, анализ повторяют на свежеприготовленных таблетках. Если при повторном анализе абсолютное расхождение между двумя результатами параллельных измерений превысит 0,017 %, анализ данной пробы прекращают до установления и устранения причин, вызвавших повышенное рассеяние результатов.

7.5.4 Погрешность (Δ) определения массовой доли оксида алюминия составляет 0,05 %.

8 Оформление результатов анализов

8.1 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 666.122.2:546.723.31.06:006.354 МКС 81.040.10

Ключевые слова: кварцевый песок, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц, оксид алюминия, обработка результатов

БЗ 11—2019/18

Редактор *П.К. Одинцов*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.10.2019. Подписано в печать 31.10.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.
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