МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 22552.2— 2019

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

Методы определения оксида железа

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. № 914-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 22552.2—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 22552.2—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 железа (III) методом с использованием 1,10-фенантролина 2
5 Определение оксида железа (III) методом с использованием роданистого аммония 5
6 Определение оксида железа (III) методом с использованием сульфосалициловой кислоты 6
7 Определение оксида железа (III) рентгеноспектральным флуоресцентным методом 7
8 Оформление результатов анализов 8

МКС 81.040.10

Поправка к ГОСТ 22552.2—2019 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Методы определения оксида железа

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 железа

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

- фотоколориметрический метод определения оксида железа с использованием 1,10-фенантролина;
- фотоколориметрический метод определения оксида железа с использованием роданистого аммония или калия;
- фотоколориметрический метод определения оксида железа с использованием сульфосалициловой кислоты;
- рентгеноспектральный флуоресцентный метод анализа определения оксида железа.

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

При разногласиях арбитражным методом определения массовой доли оксида железа является метод с использованием 1,10-фенантролина.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4217 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4478 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

Издание официальное

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

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 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13610 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

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

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

ГОСТ 22867 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 23932 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

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

ГОСТ 27067 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

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 документ 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 документ 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 железа (III) — 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 оксида железа (III) методом с использованием 1,10-фенантролина

4.1 Сущность метода

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

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

4.2 Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы

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;
- 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;
- пипетки номинальной вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 29227;
- стакан стеклянный по ГОСТ 23932, ГОСТ 25336;
- тигли платиновые по ГОСТ 6563;
- чашки платиновые по ГОСТ 6563;
- чашки и тигли стеклоуглеродные по нормативному документу;
- шпатели платиновые по ГОСТ 6563;
- эксикатор по ГОСТ 23932, ГОСТ 25336;
- электроплитку по ГОСТ 14919;
- аммиак водный по ГОСТ 3760, концентрированный и раствор в объемном соотношении 1:1;
- аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор массовой концентрации *С*, равной 20 $г/дм^3$;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор массовой концентрации *С*, равной 100 $г/дм^3$;
- железо карбонильное по ГОСТ 13610;
- железа оксид по нормативному документу;
- калий азотнокислый по ГОСТ 4217;
- квасцы железоаммонийные по нормативному документу;
- кислоту серную по ГОСТ 4204;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, концентрированную и раствор в объемном соотношении 1:3;
- натрия гидроксид по ГОСТ 4328;
- натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор массовой концентрации *С*, равной 400 $г/дм^3$;
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор массовой концентрации *С*, равной 5 $г/дм^3$;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
- 1,10-фенантролин, спиртовой раствор массовой концентрации *С*, равной 10 $г/дм^3$, раствор готовят по ГОСТ 4517;
- раствор метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор массовой концентрации *С*, равной 1 $г/дм^3$, приготовленный по ГОСТ 4919.1;
- бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026.

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Приготовление стандартных растворов оксида железа (III)

4.3.1.1 Раствор А — раствор массовой концентрации *С*, равной 1 $мг/см^3$ оксида железа (III), готовят:

- из железоаммонийных квасцов[1)]: 6,0397 г железоаммонийных квасцов помещают в стеклянную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и растворяют в 100 $см^3$ воды, подкисленной 30 $см^3$ раствора соляной кислоты, в объемном соотношении 1:3. Объем раствора в колбе доводят водой до 1000 $см^3$ и перемешивают. Точную концентрацию раствора устанавливают гравиметрическим методом. Для этого в три стакана вместимостью по 300 $см^3$ отмеряют с помощью бюретки 10, 20 и 30 $см^3$ стандартного раствора, доводят до 100—150 $см^3$ водой, нагревают до кипения и осаждают гидроксид железа аммиаком в присутствии метилового красного. Полученный осадок фильтруют через фильтр «белая лента», 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

[1)] Железоаммонийные квасцы предварительно необходимо проанализировать. В том случае, если они выветрились и содержание оксида железа изменилось, следует пересчитать массу навески.

помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель, озоляют и прокаливают до постоянной массы при температуре от 800 °С до 850 °С. Тигель с прокаленным осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают;

- оксида железа: помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3 1 г оксида железа, высушенного при температуре (110±5) °С в течение 1 ч, приливают 100 см^3 соляной кислоты (раствор в объемном соотношении 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: растворяют 0,6994 г карбонильного железа в 100 см^3 соляной кислоты (раствор в объемном соотношении 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.

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

4.3.1.3 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.

4.3.2 Разложение пробы песка

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

4.3.2.1 Кислотное разложение

Навеску песка помещают в платиновую чашку, смачивают несколькими каплями воды и смешивают платиновым шпателем с 0,5 см^3 серной кислоты и от 7 до 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. Весь раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и используют его для колориметрирования.

4.3.2.2 Разложение сплавлением

В платиновую чашку или стеклоуглеродный тигель помещают 3 г гидроксида натрия (взвешенного с погрешностью не более 0,01 г), который расплавляют на электрической плитке. Затем чашку охлаждают в эксикаторе.

Навеску песка распределяют тонким слоем по поверхности охлажденного гидроксида натрия при помощи платинового шпателя, добавляют несколько кристаллов азотнокислого калия и сплавляют содержимое чашки (тигеля) 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 и растворяют при нагревании. Затем 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. Полученный раствор используют для колориметрирования.

4.4 Проведение анализа

4.4.1 В мерную колбу вместимостью 100 см^3, содержащую раствор, приготовленный по 4.3.2.1 или 4.3.2.2, приливают 5 см^3 раствора гидрохлорида 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 контрольный раствор, приготовленный так же, как испытуемый раствор.

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

4.4.2 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^3 стандартного раствора Б, массовой концентрации *С*, равной 0,1 мг/см^3 оксида железа (III), приливают 5 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина, затем 10 см^3 раствора уксуснокислого натрия, 2 см^3 раствора 1,10-фенантролина, доводят водой до метки и перемешивают. Одновременно готовят контрольный раствор, содержащий все реактивы, кроме раствора оксида железа (III). По полученным значениям оптических плотностей растворов и известным содержаниям оксида железа (III) строят градуировочный график.

4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую долю оксида железа (III) *X*, %, вычисляют по формуле

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

где m_1 – масса оксида железа (III) в пробе, найденная по градуировочному графику, мг;

m – масса навески песка, г.

4.5.2 Расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать:

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

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

Относительная погрешность метода — 9 %.

5 Определение оксида железа (III) методом с использованием роданистого аммония

5.1 Сущность метода

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

5.2 Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы

5.2.1 Для проведения анализа применяют:

- колориметр фотоэлектрический или спектрофотоколориметр;
- кислоту серную по ГОСТ 4204 концентрированную и раствор массовой концентрации *С*, равный 50 г/дм^3;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- натрия гидроксид по ГОСТ 4328;
- аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор массовой концентрации *С*, равный 100 г/дм^3;
- мерную лабораторную стеклянную посуду (цилиндры, мензурки, колбы, пробирки) по ГОСТ 1770;
- бюретки по ГОСТ 29251;
- пипетки номинальной вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 29227.

5.2.2 Стандартные растворы оксида железа готовят по 4.3.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навеску песка сплавляют с гидроксидом натрия, как указано в 4.3.2.2. Охлажденный сплав растворяют в теплой дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора в колбе при этом должен быть от 70 до 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 на фотоэлектроколориметре при λ = 520 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм относительно контрольного раствора.

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

5.3.2 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 массовой концентрации *С,* равный 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 контрольный раствор, не содержащий оксида железа (III): в мерную колбу приливают 20 $см^3$ раствора серной кислоты массовой концентрации *С,* равный 5 $г/дм^3$ и 5 $см^3$ раствора роданистого аммония, тщательно перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют при λ = 520 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм. По полученным значениям оптических плотностей растворов и известному содержанию оксида железа (III) строят градуировочный график.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Обработку результатов проводят по 4.5.1.

5.4.2 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.

Относительная погрешность метода — 15 %.

6 Определение оксида железа (III) методом с использованием сульфосалициловой кислоты

6.1 Сущность метода

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

6.2 Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы

6.2.1 Для проведения анализа применяют:

- колориметр фотоэлектрический типа или спектрофотоколориметр;
- чашки платиновые по ГОСТ 6563;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор массовой концентрации *С,* равный 100 $г/дм^3$;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, концентрированную;
- аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор молярной концентрации $c(NH_4Cl)$ = 1 $моль/дм^3$;
- кислоту сульфосалициловую по ГОСТ 4478, раствор массовой концентрации *С,* равный 200 $г/дм^3$;
- мерную лабораторную стеклянную посуду (цилиндры, мензурки, колбы, пробирки) по ГОСТ 1770;
- бюретки по ГОСТ 29251;
- эксикатор по ГОСТ 23932, ГОСТ 25336;
- колбы по ГОСТ 23932, ГОСТ 25336.

6.2.2 Стандартные растворы оксида железа готовят по 4.3.

6.3 Проведение анализа

6.3.1 Навеску песка помещают в платиновую чашку и подвергают кислотному разложению по 4.3.2.1. Остаток солей в чашке растворяют в горячей воде с добавлением от 1,0 до 1,5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$.

В колбу добавляют 10 $см^3$ раствора хлористого аммония молярной концентрации $c(NH_4Cl)$ = = 1 $моль/дм^3$, 15 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты и раствор аммиака массовой концентрации *С,* равной 100 $г/дм^3$, до устойчивого желтого окрашивания и сверх того еще 3 $см^3$, после чего разбавляют водой до метки.

В качестве раствора сравнения используют контрольный раствор, приготовленный так же, как анализируемый.

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.

6.3.2 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 (III). По полученным значениям оптических плотностей растворов и известным содержаниям оксида железа (III) строят градуировочный график.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Обработка результатов — по 4.5.1.

6.4.2 Расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать:

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

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

6.4.3 Относительная погрешность метода — 15 %.

7 Определение оксида железа (III) 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 железа (III).

7.2 Средства измерений, оборудование, реактивы

Для проведения анализа применяют спектрометры рентгенофлуоресцентные; обеспечивающие точность анализа не ниже указанной в 4.5.2, 5.4.2, 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) в соответствии с инструкцией к спектрометру.

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 верными, если абсолютное расхождение двух результатов параллельных измерений не превышает 0,0021 %.

7.5.3 Если абсолютное расхождение между двумя результатами параллельных измерений превысит 0,0021 %, то проводят третье измерение на третьем образце-излучателе (таблетке). Если максимальное расхождение между тремя результатами измерений не превысит 0,0025 % (критический диапазон для трех параллельных измерений при доверительной вероятности 0,95), то 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 расхождение результатов.

7.5.4 Погрешность Δ определения массовой доли оксида железа (III) составляет:

0,005 % — при массовой доле оксида железа (III) от 0,01 % до 0,05 %;

0,01 % — при массовой доле оксида железа (III) от 0,05 % до 0,1 %.

8 Оформление результатов анализов

Результаты анализов, в том числе промежуточные, записывают в журнал. При необходимости результаты анализов оформляют в форме протокола, содержащего следующую информацию:

- 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;
- инициалы, фамилии, 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: песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц, оксид железа, обработка результатов

БЗ 7—2019/125

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.10.2019. Подписано в печать 22.10.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
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