МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
22552.1—
2019**

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

Методы определения диоксида кремния

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. № 913-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 22552.1—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 22552.1—77

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

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

81 СТЕКОЛЬНАЯ И КЕРАМИЧЕСКАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ

МКС 81.040.10

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

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 кремния

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

- гравиметрический метод определения массовой доли диоксида кремния;
- метод рентгеноспектрального флуоресцентного анализа определения массовой доли диоксида кремния.

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 4204 Реактивы. Кислота серная. 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 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 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 о указателям национальных стандартов, издаваемых в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на 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.

Издание официальное

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам определения массовой доли диоксида кремния — 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 кремния гравиметрическим методом

4.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в удалении фтористого кремния и прокаливании остатка при температуре от 1000 °С до 1200 °С с учетом потерь при прокаливании.

4.2 Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа применяют:
- весы по ГОСТ OIML R 76-1;
- набор гирь по ГОСТ OIML R 111-1;
- тигли платиновые (изделия № 100-8 или № 100-9) по ГОСТ 6563;
- чашки платиновые (изделия № 118-2 или № 118-3) по ГОСТ 6563;
- шпатели платиновые (изделия № 209-11 или № 209-12) по ГОСТ 6563;
- печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую:
  - температуру нагрева от 1000 °С до 1200 °С;
  - поддержание температуры с погрешностью ±10 °С;
- эксикатор по ГОСТ 25336, ГОСТ 23932;
- баню песчаную или воздушную;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, ч. д. а.;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484 х. ч. или ч. д. а.,
- фильтры бумажные.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Из пробы, подготовленной по ГОСТ 22552.0—2019 (пункт 4.2.2), отбирают навеску песка массой 0,5 г, помещают в прокаленный платиновый тигель или чашку и прокаливают в муфельной печи при температуре от 1000 °С до 1200 °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют по 30 мин до достижения постоянной массы.

4.3.2 Прокаленный остаток в тигле (чашке) смачивают несколькими каплями воды, приливают от 1,0 до 1,5 см^3 серной кислоты и от 7 до 10 см^3 фтористоводородной кислоты. Смесь тщательно перемешивают платиновым шпателем и выпаривают на песчаной или воздушной бане при периодическом перемешивании, не допуская кипения и разбрызгивания, до возможно полного удаления фтористоводородной кислоты (до исчезновения паров и пузырьков фтористого водорода). Смесь охлаждают и приливают еще от 7 до 10 см^3 фтористоводородной кислоты и продолжают нагревание до полного разложения навески. Для труднораслагаемых песков обработку фтористоводородной кислотой проводят трижды. Затем шпатель осторожно вынимают, обмывают водой над тиглем, обтирают фильтром, который помещают в тигель, и выпаривают раствор досуха.

4.3.3 После прекращения выделения белых паров серного ангидрида тигель с содержимым прокаливают в муфельной печи при температуре от 1000 °С до 1200 °С в течение 40 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют по 20 мин до достижения постоянной массы.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю диоксида кремния X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_3) - (m_2 - m_3) \cdot K}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса тигля с навеской после прокаливания, г;

m_2 — масса тигля с прокаленным остатком после отгонки фтористого кремния, г;
m_3 — масса прокаленного тигля (без навески), г;
m — масса навески пробы, г;
K — эмпирический коэффициент, вносящий поправку на примеси.

4.4.2 Эмпирический коэффициент K определяют следующим образом:

$$K = 1{,}0 \text{ при } \frac{(m_2 - m_3)}{m} \cdot 100 \leq 2\ \%;$$

$$K = 0{,}90 \text{ при } \frac{(m_2 - m_3)}{m} \cdot 100 \text{ св. } 2{,}0\ \% \text{ до } 2{,}5\ \%;$$

$$K = 0{,}80 \text{ при } \frac{(m_2 - m_3)}{m} \cdot 100 \text{ св. } 2{,}5\ \% \text{ до } 3{,}0\ \%;$$

$$K = 0{,}75 \text{ при } \frac{(m_2 - m_3)}{m} \cdot 100 \text{ св. } 3{,}0\ \% \text{ до } 4{,}0\ \%;$$

$$K = 0{,}70 \text{ при } \frac{(m_2 - m_3)}{m} \cdot 100 \text{ св. } 4{,}0\ \% \text{ до } 5{,}0\ \%.$$

4.4.3 Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,30 % при массовой доле диоксида кремния свыше 95,0 %.

5 Определение диоксида кремния рентгеноспектральным флуоресцентным методом

5.1 Сущность метода

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

5.2 Средства измерений, оборудование, реактивы

Для проведения анализа применяют рентгенофлуоресцентные спектрометры, обеспечивающие точность анализа не ниже указанной в 4.4.3.

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 верными, если абсолютное расхождение двух результатов параллельных измерений не превышает 0,03 %.

5.5.3 Если абсолютное расхождение между двумя результатами параллельных измерений превышает 0,03 %, то проводят третье измерение на третьем образце-излучателе (таблетке). Если максимальное расхождение между тремя результатами измерений не превышает 0,036 % (критический

диапазон для трех параллельных измерений при доверительной вероятности 0,95), в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение трех результатов параллельных измерений.

Если максимальное расхождение между тремя результатами параллельных измерений превышает 0,036 %, анализ повторяют на свежеприготовленных таблетках. Если при повторном анализе абсолютное расхождение между двумя результатами параллельных измерений превышает 0,03 %, анализ данной пробы прекращают до установления и устранения причин, вызвавших повышенное расхождение результатов.

5.5.4 Погрешность Δ определения массовой доли диоксида кремния составляет:

0,15 % — при массовой доле диоксида кремния от 99,81 % до 99,99 %;

0,20 % — при массовой доле диоксида кремния от 98,50 % до 99,80 %.

6 Оформление результатов анализа

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 кварцевый песок, молотый песчаник, кварцит и жильный кварц;
- сведения об отборе проб;
- количество проанализированных 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 666.122.2:543.06:006.354 МКС 81.040.10

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

БЗ 7—2019/124

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 15.10.2019. Подписано в печать 28.10.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.
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