ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

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

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 22552.0-77—ГОСТ 22552.7-77

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Государственным научно-исследовательским институтом стекла (ГИС)

Директор **Б. И. Борисов**
Руководитель темы **Л. А. Зайонц**
Исполнители: **Э. П. Бильтюкова, И. И. Попова, И. Н. Андрианова, К. Э. Шапиро**

ВНЕСЕНЫ Министерством промышленности строительных материалов СССР

Член Коллегии **В. И. Добужинский**

ПОДГОТОВЛЕНЫ К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор **А. В. Гличев**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25 мая 1977 г. № 1329

УДК 666.122.2 : 546.621-31.06 : 006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

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

Методы определения массовой доли окиси алюминия

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

ГОСТ 22552.3—77

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25 мая 1977 г. № 1329 срок действия установлен

с 01.01.1979 г.
до 01.01.1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на кварцевый песок, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц, предназначенные для стекольной промышленности, и устанавливает объемный комплексонометрический и фотоколориметрический методы определения массовой доли окиси алюминия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам определения массовой доли окиси алюминия — по ГОСТ 22552.0—77.

2. ОБЪЕМНЫЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (при массовой доле окиси алюминия свыше 0,5%)

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

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

весы аналитические 1-го класса точности с разновесами;

тигли платиновые № 100—8 или 100—9 по ГОСТ 6563—75;

чашки платиновые № 118—3 по ГОСТ 6563—75;

шпатели платиновые № 11 и 12 по ГОСТ 6563—75;

щипцы лабораторные никелированные с платиновыми наконечниками;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—67;
кислоту фтористоводородную марки А, ос. ч;
кислоту уксусную по ГОСТ 61—75;
аммиак водный по ГОСТ 3760—64, 25%-ный и 10%-ный растворы;
конго красный по ГОСТ 5552—74;
ксиленоловый оранжевый, водный раствор 0,002 г/мл;
аммоний уксуснокислый;
гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—65, водный раствор массовой концентрации 100 г/л;
цинк металлический гранулированный по ГОСТ 989—75;
цинк сернокислый 0,05 н. титрованный раствор, приготовленный следующим образом: 1,6345 г металлического цинка помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл и приливают 2,0—2,5 мл серной кислоты. После растворения цинка доливают водой до метки и перемешивают. В связи с трудностью взятия точной навески металлического цинка поправку на коэффициент нормальности 0,05 н. раствора (K) вычисляют по формуле

$$K=\frac{m_1}{1,6345},$$

где m_1 — масса навески металлического цинка, взятая для приготовления раствора, г;
1,6345 — масса металлического цинка, необходимая для приготовления 100 мл точно 0,05 н. раствора сернокислого цинка;
ацетатный буферный раствор pH=5,2—5,8, приготовленный следующим образом: 100 г уксуснокислого аммония растворяют при нагревании в 300—400 мл воды, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 мл, приливают 10 мл уксусной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают;
соль, динатриеву этилендиамин — N, N, N′, N′ — тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,05 н. раствор, приготовленный следующим образом: 10 г трилона Б растворяют в 150—200 мл воды при нагревании, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доливают водой до метки. Коэффициент нормальности раствора устанавливают следующим образом: в три конические колбы вместимостью по 250 мл помещают по 10, 15 и 20 мл трилона Б, подкисляют раствор несколькими каплями соляной кислоты, доливают водой до объема 75 мл и нагревают до 50°С. Затем раствор нейтрализуют аммиаком до изменения индикаторной бумаги конго в слабо розовый цвет, приливают по 20 мл ацетатного буферного раствора, нагревают до кипения, кипятят 2—5 мин, добавляют 5—10 мл солянокислого гидроксиламина и горячий раствор титруют 0,05 н. раствором серно-

кислого цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого до изменения окраски раствора из желтой в фиолетово-красную.

Коэффициент нормальности (K_1) 0,05 н. раствора трилона Б для определения окиси алюминия вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{V_{ср} \cdot K}{15},$$

где $V_{ср}$ — средний объем 0,05 н. раствора сернокислого цинка, израсходованный на титрование трилона Б, мл;

K — коэффициент нормальности 0,05 н. раствора сернокислого цинка;

15 — средний объем раствора трилона Б, взятый для определения коэффициента нормальности, мл.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Масса навески песка в зависимости от массовой доли окиси алюминия указана в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси алюминия, %	Масса навески, г	Объем приливаемого раствора трилона Б, мл
От 0,5 до 1,0	1,0	15
„ 1,0 „ 2,0	0,5	15—20
„ 2,0 „ 5,0	0,5	25

2.2.2. Навеску песка помещают в платиновый тигель, прокаливают при 700—800°С в течение 15—20 мин и производят разложение смесью серной и фтористоводородной кислот, как указано в ГОСТ 22552.1—77.

К сухому остатку после удаления фтористого кремния приливают 2—3 мл соляной кислоты, 25—30 мл горячей воды и нагревают до полного растворения солей. Раствор переливают в коническую колбу вместимостью 250 мл, доливают водой до объема 100 мл и приливают раствор трилона Б. Объем приливаемого раствора трилона Б в зависимости от содержания окиси алюминия указан в табл. 1. Раствор нагревают до 50°С и нейтрализуют сначала 25%-ным раствором аммиака, затем разбавленным раствором аммиака до изменения окраски индикаторной бумаги конго в красный цвет. Приливают 20 мл ацетатного буферного раствора, кипятят 3—5 мин, добавляют 5—10 мл солянокислого гидроксиламина и сразу же титруют раствором сернокислого цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого до изменения окраски раствора из желтой в фиолетово-красную.

Примечание. Совместно с алюминием титруется железо и титан.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю окиси алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 \cdot K_1 - V_2 \cdot K_2) \cdot 0{,}001275 \cdot 100}{m} - 0{,}6384 \cdot X_1 - 0{,}6380 \cdot X_2,$$

где V_1 — объем приливаемого раствора трилона Б, мл;

K_1 — коэффициент нормальности трилона Б;

V_2 — объем сернокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б, мл;

K_2 — коэффициент нормальности раствора трилона Б;

0,001275 — количество окиси алюминия, необходимое для связывания 1 мл точно 0,5 н. раствора трилона Б, г;

m — масса навески пробы, г;

0,6384 — коэффициент пересчета окиси железа на окись алюминия;

X_1 — содержание окиси железа в песке, найденное по ГОСТ 22552.2—77, %;

0,6380 — коэффициент пересчета окиси титана на окись алюминия;

X_2 — содержание окиси титана в песке, найденное по ГОСТ 22552.4—77, %.

2.3.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси алюминия, %	Допускаемое расхождение, %
До 1,0	0,05
От 1,0 до 5,0	0,10
Св. 5,0	0,15

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенную величину, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух последних параллельных определений.

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (при массовой доле окиси алюминия до 0,5%)

Сущность метода заключается в образовании розово-красного комплексного соединения алюминия с алюминоном в уксуснокис-

лой среде при pH=5,0—6,0 и фотометрировании окрашенного раствора.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-М;

весы аналитические 1-го класса точности с разновесами;

весы технические с разновесами;

тигли и чашки платиновые по ГОСТ 6563—75;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77 и разбавленную 1 : 1;

кислоту фтористоводородную марки А, ос. ч;

бумагу универсальную индикаторную;

кислоту аскорбиновую, 2%-ный раствор (годен к употреблению в течение 5 суток);

алюминон, 0,1%-ный раствор (свежеприготовленному раствору дают отстояться 24 ч; годен к употреблению в течение 4 суток);

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—68;

буферный раствор pH=5—6, приготовленный следующим образом: 6,8 г уксуснокислого натрия растворяют в 1000 мл воды, приливают 3 мл уксусной кислоты и перемешивают;

алюминий металлический;

стандартные растворы окиси алюминия:

раствор А, приготовленный следующим образом: 0,1325 г металлического алюминия помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл, приливают 20 мл разбавленной 1 : 1 серной кислоты, нагревают до полного растворения, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора А содержит 1 мг окиси алюминия;

раствор Б, приготовленный следующим образом: пипеткой отбирают 10 мл стандартного раствора А, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора Б содержит 0,01 мг окиси алюминия.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Масса навески песка в зависимости от массовой доли окиси алюминия указана в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси алюминия, %	Масса навески, г	Объем аликватной части раствора, мл
От 0,01 до 0,02	1,0	Весь раствор
„ 0,02 „ 0,04	0,5	Весь раствор
„ 0,04 „ 0,10	0,5	40
„ 0,10 „ 0,30	0,5	20—10
„ 0,30 „ 0,50	0,1	40—20

3.2.2. Навеску песка помещают в платиновый тигель или чашку, прокаливают при 700—750°С в течение 15—20 мин, охлаждают

и разлагают смесью серной и фтористоводородной кислот, как указано в ГОСТ 22552.1—77.

К сухому остатку после удаления четырехфтористого кремния приливают 1 мл разбавленной 1 : 9 серной кислоты, горячей воды до объема 10—15 мл и кипятят до полного растворения солей. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл (при массовой доле окиси алюминия от 0,01 до 0,04%).

3.2.3. К раствору по каплям приливают 1 н. раствор едкого натра до pH=5,0 (проверяют по универсальной индикаторной бумаге) и воды до объема 20 мл, затем пипеткой приливают 1,5 мл раствора аскорбиновой кислоты, 2 мл 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, применяя зеленый светофильтр с областью светопропускания 536 ммк в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.2.4. Раствор, полученный по п. 3.2.2 (при массовой доле окиси алюминия от 0,04 до 0,5%), доливают водой до метки и перемешивают. Затем отмеривают пипеткой аликвотную часть раствора в мерную колбу вместимостью 100 мл. Объем аликвотной части раствора в зависимости от массовой доли окиси алюминия указан в табл. 3. Далее анализ продолжают, как указано в п. 3.2.3.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание окиси алюминия по градуировочному графику.

3.2.5. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 мл отмеривают бюреткой 2; 4; 6; 8; 10; 12; 14; 16; 18 и 20 мл 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 окиси алюминия; в одиннадцатую колбу стандартный раствор не помещают. Приливают в каждую колбу воду до объема 20 мл и пипеткой по 4,5 мл раствора аскорбиновой кислоты и по 2 мл раствора алюминона и далее проводят анализ, как указано в п. 3.2.2.

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.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю окиси алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

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

V — объем исходного раствора, мл;

V_1 — объем аликвотной части раствора, мл;

m — масса навески пробы, г.

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

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенную величину, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух последних параллельных определений.

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 22552.0—77 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Общие требования к методам анализа 1

ГОСТ 22552.1—77 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Метод определения массовой доли двуокиси кремния . . 3

ГОСТ 22552.2—77 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Метод определения массовой доли окиси железа . . . 6

ГОСТ 22552.3—77 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Методы определения массовой доли окиси алюминия . . . 11

ГОСТ 22552.4—77 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Метод определения массовой доли двуокиси титана . . 18

ГОСТ 22552.5—77 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Метод определения массовой доли влаги 21

ГОСТ 22552.6—77 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Метод определения массовой доли тяжелых минералов . . 23

ГОСТ 22552.7—77 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Метод определения гранулометрического состава . . . 25

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *В. Ф. Малютина*

Сдано в наб. 20.06.77 Подп. в печ. 16.08.77 1,75 п. л. 1,54 уч.-изд. л. Тир. 8000 Цена 10 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 8. Зак. 879

gost.e-ecolog.ru