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 : 546.723-31.06 : 006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

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

## Метод определения массовой доли окиси железа

Guartz sand, ground sandstone, quartzite and veiny quartz for glass industry. Method for the determination of mass fraction of ferrous oxide

**ГОСТ 22552.2—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 фотоколориметрический метод определения массовой доли железа.

Сущность метода заключается в образовании желтого комплексного соединения железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде при pH=8-11,5 и фотометрировании окрашенного раствора.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения массовой доли окиси железа — по ГОСТ 22552.0—77.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-М;

весы аналитические 1-го класса точности с разновесами;

весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,05 г с разновесами;

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

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

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

тигли фарфоровые высокие с крышками № 3 по ГОСТ 9147—73;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

кислоту серную по ГОСТ 4204—77;
кислоту азотную по ГОСТ 4461—67;
кислоту фтористоводородную марки А, ос. ч.;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—67;
аммиак водный по ГОСТ 3760—64, 25%-ный раствор и разбавленный 1 : 1,5;
аммоний азотнокислый по ГОСТ 5.1624—72 и раствор массовой концентрации 20 г/л;
кислоту сульфосалициловую по ГОСТ 4478—68, водный раствор массовой концентрации 200 г/л;
спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или спирт этиловый ректификованный, гидролизный высшей очистки;
аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, водный раствор массовой концентрации 53,5 г/л (при необходимости раствор отфильтровывают);
индикатор метиловый красный, спиртовый раствор массовой концентрации 0,001 г/мл;
серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, водный раствор массовой концентрации 0,001 г/мл;
квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—68;
стандартные растворы окиси железа:
раствор А, приготовленный следующим образом: 6,0397 г железоаммонийных квасцов растворяют в 100 мл воды, подкисленной 9 мл соляной кислоты, в мерной колбе вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

Титр раствора устанавливают весовым методом. Для этого из бюретки отмеряют отдельно по 10, 20 и 30 мл стандартного раствора А в стаканы, вместимостью 300 мл, доливают водой до объема 100—150 мл, нагревают до кипения и осаждают гидроокись железа аммиаком в присутствии метилрота. Полученный осадок гидроокиси железа отфильтровывают на мягкий беззольный фильтр (белая лента), промывают горячим раствором азотнокислого аммония, в который добавлено несколько капель аммиака, до исчезновения реакции на ион хлора (реакция с азотнокислым серебром). Затем фильтр с осадком помещают в платиновый или фарфоровый тигель, осторожно озоляют осадок и прокаливают до достижения постоянной массы при температуре 800°С. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Титр раствора ($T$) в мг/мл вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где $m$ — масса прокаленного осадка, г;
$V$ — объем раствора, взятый для осаждения, мл;

раствор Б, приготовленный следующим образом: если титр раствора А оказался точно 1 мг/мл, то отбирают 100 мл раствора А, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора содержит 0,1 мг окиси железа.

Если же раствор А получился с концентрацией несколько отличной от 1 мг/мл, то раствор Б готовят с учетом поправки так, чтобы титр раствора Б был бы точно 0,1 мг/мл;

раствор В, приготовленный следующим образом: 100 мл раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора содержит 0,01 мг окиси железа.

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Масса навески песка в зависимости от содержания окислов железа указана в табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля окиси железа, % | Масса навески, г | Объем аликвотной части раствора, мл |
|---|---|---|
| До 0,05 | 1,0 | Весь раствор |
| От 0,05 до 0,1 | 0,5 | Весь раствор |
| „ 0,1 „ 0,5 | 1,0 | 50 |
| „ 0,5 „ 1,0 | 1,0 | 25 |
| „ 1,5 „ 2,0 | 0,5 | 25 |

3.2. Навеску песка помещают в платиновый тигель или чашку, прокаливают при температуре 700—750°С в течение 15—20 мин и охлаждают. Навеску разлагают смесью серной и фтористоводородной кислот, как указано в ГОСТ 22552.1—77. Полученный раствор выпаривают на песчаной или воздушной бане досуха.

К охлажденному сухому остатку приливают горячую воду до половины объема тигля, 3—5 мл соляной кислоты и, перемешивая, полностью растворяют при нагревании. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл (при массовой доле окиси железа в песке до 0,1%) или в мерную колбу вместимостью 250 мл (при массовой доле окиси железа от 0,1 до 2,0%), доливают водой до метки и перемешивают (раствор 1). От раствора 1 отбирают аликвотную часть в мерную колбу вместимостью 100 мл. Объем аликвотной части в зависимости от содержания окиси железа указан в табл. 1. Затем приливают 10 мл хлористого аммония, 15 мл раствора сульфосалициловой кислоты, по каплям 25%-ный раствор аммиака до появления устойчивой желтой окраски и 3 мл аммиака (1 : 1,5) в избыток, доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя синий светофильтр с областью светопропускания 400—450 ммк в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

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

3.3. Для определения содержания окиси железа строят два градуировочных графика: первый — в интервале концентраций 0,1—1,0 мг окиси железа, второй — в интервале концентраций 0,01—0,1 мг окиси железа.

Для построения первого градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 мл отмеривают бюреткой 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9 и 10 мл стандартного раствора Б, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9 и 1 мг окиси железа. В каждую колбу приливают по 10 мл раствора хлористого аммония, по 15 мл раствора сульфосалициловой кислоты и по каплям раствор аммиака (1 : 1,5) до устойчивой желтой окраски и по 3 мл в избыток, доливают водой до метки и перемешивают.

Предварительно готовят «нулевой» раствор, содержащий в объеме 100 мл: 10 мл раствора хлористого аммония, 15 мл раствора сульфосалициловой кислоты и аммиак (1 : 1,5) в том же количестве, что и испытуемый раствор.

Оптическую плотность растворов измеряют, как указано в п. 3.2.

Раствором сравнения служит «нулевой» раствор.

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

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

3.4. Для построения второго градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 мл отмеривают бюреткой 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9 и 10 мл стандартного раствора В, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09 и 0,1 мг окиси железа и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.3.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси железа ($X$) в процентах вычисляют по формуле

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

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

$V$ — объем исходного раствора, мл;

$V_1$ — объем аликвотной части раствора, мл;

$m$ — масса навески пробы, г.

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

Таблица 2

| Массовая доля окиси железа, % | Допускаемое расхождение, % |
|---|---|
| До 0,05 | 0,002 |
| От 0,05 до 0,1 | 0,005 |
| „ 0,1 „ 0,5 | 0,02 |
| „ 0,5 „ 1,0 | 0,05 |
| „ 1,0 „ 2,0 | 0,10 |

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