
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

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»

© Стандартиформ, 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.)

**ПЕСОК КВАРЦЕВЫЙ, МОЛОТЫЕ ПЕСЧАНИК, КВАРЦИТ И ЖИЛЬНЫЙ КВАРЦ ДЛЯ
СТЕКЛЬНОЙ 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

- 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 18300¹⁾ 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 E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ и M₃. 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 (www.easc.by) или 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 Fe²⁺ с 1,10-фенантролином ($\lambda = 508$ нм). Ионы Fe³⁺ предварительно восстанавливают до Fe²⁺ 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 фотозлектрический или спектрофотокориметр;
- набор гирь по ГОСТ OIML R 111-1;
- пипетки номинальной вместимостью 25 см³ по ГОСТ 29227;
- стакан стеклянный по ГОСТ 23932, ГОСТ 25336;
- тигли платиновые по ГОСТ 6563;
- чашки платиновые по ГОСТ 6563;
- чашки и тигли стеклоглеродные 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 *C*, равной 20 г/дм³;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- гидроксилamina гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор массовой концентрации *C*, равной 100 г/дм³;
- 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 *C*, равной 400 г/дм³;
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор массовой концентрации *C*, равной 5 г/дм³;
- спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300;
- 1,10-фенантролин, спиртовой раствор массовой концентрации *C*, равной 10 г/дм³, раствор готовят по ГОСТ 4517;
- раствор метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор массовой концентрации *C*, равной 1 г/дм³, 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 *C*, равной 1 мг/см³ оксида железа (III), готовят:

- из железоаммонийных квасцов¹⁾: 6,0397 г железоаммонийных квасцов помещают в стеклянную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в 100 см³ воды, подкисленной 30 см³ раствора соляной кислоты, в объемном соотношении 1:3. Объем раствора в колбе доводят водой до 1000 см³ и перемешивают. Точную концентрацию раствора устанавливают гравиметрическим методом. Для этого в три стакана вместимостью по 300 см³ отмеряют с помощью бюретки 10, 20 и 30 см³ стандартного раствора, доводят до 100—150 см³ 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 см³ 1 г оксида железа, высушенного при температуре (110±5) °С в течение 1 ч, приливают 100 см³ 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 см³, доводят водой до метки и перемешивают;

- карбонильного железа: растворяют 0,6994 г карбонильного железа в 100 см³ 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 см³, 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/см³ оксида железа (III), готовят разбавлением раствора А в 10 раз.

4.3.1.3 Раствор В, содержащий 0,01 мг/см³ 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 см³ серной кислоты и от 7 до 10 см³ 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 сиропобразную консистенцию.

Остаток солей в чашке растворяют в горячей воде с добавлением 0,5 см³ серной кислоты, осторожно помешивая и подогревая на электрической плитке. Весь раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ 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 см³, объем доводят до 60—70 см³ водой и перемешивают. К охлажденному раствору медленно при постоянном перемешивании приливают 2,5 см³ серной кислоты. Полученный раствор используют для колориметрирования.

4.4 Проведение анализа

4.4.1 В мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую раствор, приготовленный по 4.3.2.1 или 4.3.2.2, приливают 5 см³ раствора гидрохлорида гидроксилamina и добавляют раствор уксуснокислого натрия до рН 3,0 (рН контролируют с помощью универсальной индикаторной бумаги). Затем прибавляют 2 см³ раствора 1,10-фенантролина, доливают водой до метки и перемешивают. Через 40 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя зеленый светофильтр с $\lambda = 540$ нм в кюветках 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 см³ приливают из бюретки 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 см³ стандартного раствора Б, массовой концентрации С, равной 0,1 мг/см³ оксида железа (III), приливают 5 см³ раствора гидрохлорида гидроксилamina, затем 10 см³ раствора уксуснокислого натрия, 2 см³ 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 $\lambda = 520$ нм.

5.2 Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы

5.2.1 Для проведения анализа применяют:

- колориметр фотоэлектрический или спектрофотокориметр;
- кислоту серную по ГОСТ 4204 концентрированную и раствор массовой концентрации С, равный 50 г/дм³;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- натрия гидроксид по ГОСТ 4328;
- аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор массовой концентрации С, равный 100 г/дм³;
- мерную лабораторную стеклянную посуду (цилиндры, мензурки, колбы, пробирки) по ГОСТ 1770;
- бюретки по ГОСТ 29251;
- пипетки номинальной вместимостью 25 см³ 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 см³. Объем раствора в колбе при этом должен быть от 70 до 75 см³. К охлажденному раствору медленно, при постоянном перемешивании, приливают 5 см³ серной кислоты.

Раствор в колбе охлаждают и доводят дистиллированной водой до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают. Затем отбирают пипеткой 20 см³ раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, доводят до метки раствором роданистого аммония, тщательно перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре при $\lambda = 520$ 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 см³ приливают из бюретки 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 см³ стандартного раствора В, содержащего 0,01 мг/см³ оксида железа (III), приливают раствор серной кислоты массовой концентрации C , равный 5 г/дм³, в количестве (20 – V) см³, где V — объем стандартного раствора, см³, 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 см³ раствора серной кислоты массовой концентрации C , равный 5 г/дм³ и 5 см³ раствора роданистого аммония, тщательно перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют при $\lambda = 520$ 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 спектрофотокориметр;

- чашки платиновые по ГОСТ 6563;

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

- аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор массовой концентрации C , равный 100 г/дм³;

- кислоту соляную по ГОСТ 3118, концентрированную;

- аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор молярной концентрации $c(\text{NH}_4\text{Cl}) = 1$ моль/дм³;

- кислоту сульфосалициловую по ГОСТ 4478, раствор массовой концентрации C , равный 200 г/дм³;

- 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 см³ концентрированной соляной кислоты и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³.

В колбу добавляют 10 см³ раствора хлористого аммония молярной концентрации $c(\text{NH}_4\text{Cl}) = 1$ моль/дм³, 15 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и раствор аммиака массовой концентрации C , равной 100 г/дм³, до устойчивого желтого окрашивания и сверх того еще 3 см³, 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 ($\lambda = 450$ нм) в кюветках 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 см³ отмеряют бюреткой 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 см³ стандартного раствора Б, содержащего 0,1 мг/см³ 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 Подготовка 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 Подготовка 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 методики 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 предьявителя/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 60×84¹/₈. 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.

www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru