



**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**

**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**

**ПЕСОК КВАРЦЕВЫЙ, МОЛОТЫЕ ПЕСЧАНИК, КВАРЦИТ  
И ЖИЛЬНЫЙ КВАРЦ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ  
ПРОМЫШЛЕННОСТИ****ГОСТ****22552.3—77****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****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 комплексометрический 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 КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ 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 раст-

воры;

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°C. 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 сернокислого 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

$$K_1 = \frac{V_{\text{ср}} \cdot K}{15},$$

где  $V_{\text{ср}}$  — 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°C 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°C 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, прокавливают при  $700-750^{\circ}C$  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  $90^{\circ}C$ . Охлаждают до комнатной температуры и оптическую плотность раствора измеряют через 25 мин, применяя зеленый светофильтр с областью светопропускания 536 мкм 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.

## СО Д Е Р Ж А Н И Е

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