
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
22552.0—
2019

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

Общие требования к методам анализа

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. № 912-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 22552.0—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 22552.0—77

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 Термины, определения и пояснения	2
4 Общие требования	3
4.1 Отбор проб для проведения анализа	3
4.2 Подготовка пробы к проведению анализа	3
4.3 Требования к применяемым реактивам, посуде, аппаратуре и материалам	3
4.4 Требования к средствам измерений	4
4.5 Требования безопасности	5
4.6 Требования к условиям проведения анализа	5
5 Контроль качества результатов	5
6 Оформление результатов анализа	6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ПЕСОК КВАРЦЕВЫЙ, МОЛОТЫЕ ПЕСЧАНИК, КВАРЦИТ
И ЖИЛЬНЫЙ КВАРЦ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ****Общие требования к методам анализа**

Quartz sand, ground sandstone, quartzite and veiny quartz for glass industry.
General requirements for methods of analysis.

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 общие требования к методам анализа.

Методы анализа предусматривают определение массовых долей химических элементов в исследуемом материале и пересчете на содержание их оксидов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.315 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.010 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.019¹⁾ Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.011 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.028 Система стандартов безопасности труда. Респираторы ШБ-1 «Лепесток». Технические условия

ГОСТ 12.4.103 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 12.4.296 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Респираторы фильтрующие. Общие технические условия

¹⁾ В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3956 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 4919.2 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 22551 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. 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 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 29169 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29252 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания

ГОСТ 29253 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 3. Бюретки с временем ожидания 30 с

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 (www.eurasia.org) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на ссылочный стандарт 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 стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины, определения и пояснения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями, выражения и пояснения к ним:

3.1 стандартный раствор: Раствор с точно известной концентрацией элемента.

3.2 градуировочный раствор: Раствор с известной концентрацией определяемого химического элемента, используемый для построения градуировочного графика в инструментальных методах анализа.

3.3 основная навеска: Навеска стандартного образца химического состава вещества в граммах, которой условно соответствует аттестованное значение содержания химического элемента, приведенное в свидетельстве на образец, и по отношению к которой рассчитывают концентрации серии градуировочных растворов.

3.4 основной раствор: Раствор с известной концентрацией химического элемента, приготовленный из основной навески.

3.5 градуировочный график: Зависимость оптической плотности раствора от концентрации растворенного вещества.

3.6 контрольный раствор (раствор сравнения): Раствор, составленный из применяемых в конкретном анализе реактивов и воды, для учета их загрязнения и внесения поправок при обработке результатов анализа.

3.7 контрольный опыт: Проведение всей процедуры анализа без анализируемой пробы.

3.8 массовая концентрация (C): Масса растворенного вещества (г) на 1 л раствора (г/дм³), (г/л).

3.9 буферные растворы: Растворы с определенной устойчивой концентрацией водородных ионов. pH буферных растворов мало изменяется при прибавлении к ним небольших количеств сильного основания или сильной кислоты, а также при разбавлении и концентрировании.

3.10 В выражении «раствор в объемном соотношении 1:1, 1:2» и т. д. первые цифры обозначают объемные части кислоты, водного аммиака и т. д., а вторые — объемные части воды. Если концентрация или разбавление кислоты или водного раствора аммиака не указаны, то имеют в виду концентрированную кислоту или раствор аммиака.

3.11 Выражение «горячая вода» или «горячий раствор» означает, что жидкость имеет температуру свыше 75 °С, «теплая вода» или «теплый раствор» — жидкость имеет температуру от 40 °С до 75 °С.

4 Общие требования

4.1 Отбор проб для проведения анализа

4.1.1 Отбор проб для проведения анализа проводят по ГОСТ 22551—2019 (раздел 6).

4.2 Подготовка пробы к проведению анализа

4.2.1 Отобранную пробу (массой от 2000 до 2500 г) перемешивают и выделяют из нее пробы для определения содержания влаги массой не менее 120 г и не менее 500 г для определения гранулометрического состава.

4.2.2 Остальную часть пробы перемешивают, разравнивают в виде квадрата, который делят на шестнадцать квадратов. Из каждого квадрата методом вычерпывания пластмассовым или фарфоровым шпателем по ГОСТ 9147 отбирают пробы массой по 40 г, сушат в течение 1 ч при температуре от 105 °С до 110 °С и растирают в кварцевой, агатовой ступке или в ступке из халцедона до размера частиц, полностью проходящих через сито с сеткой номер 0125 по ГОСТ 6613. Затем пробу опять разравнивают в виде квадрата, который делят на шестнадцать квадратов, и из каждого квадрата методом вычерпывания отбирают пробы массой по 20 г. При использовании механических истирателей отбирают пробы массой от 5 до 10 г. Пробу растирают в кварцевой или агатовой ступке, или в ступке из халцедона до зерен размером менее 10 мкм (при растирании материала пальцем не должны ощущаться отдельные частицы). Пробу сушат при температуре от 105 °С до 110 °С до постоянной массы. Высушенную пробу помещают в бюксу по ГОСТ 25336, плотно закрывают крышкой и хранят в эксикаторе по ГОСТ 23932, ГОСТ 25336 и используют для определения содержания оксидов химических элементов.

4.2.3 Все определения проводят параллельно не менее чем на двух навесках пробы песка, подготовленной по пункту 4.2.2 с проведенным через все стадии анализа контрольным опытом для внесения в результат анализа соответствующей поправки.

4.2.4 При проведении количественного рентгеноспектрального флуоресцентного анализа проб песка для проведения измерений готовят два образца-излучателя в соответствии с Инструкцией по эксплуатации спектрометра.

4.3 Требования к применяемым реактивам, посуде, аппаратуре и материалам

4.3.1 Общие положения и указания по проведению анализа по ГОСТ 27025.

4.3.2 Для приготовления растворов и при проведении испытаний применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709, если в нормативной документации на метод определения не предусмотрена другая вода.

4.3.3 При приготовлении растворов и проведении анализов после каждого добавления реактива раствор перемешивают. При отсутствии указания о времени перемешивания перемешивание проводят в течение нескольких секунд.

4.3.4 Навески индикаторов для приготовления растворов или индикаторных смесей взвешивают в граммах с точностью до третьего десятичного знака. Требования приготовления растворов индикаторов — по ГОСТ 4919.1.

4.3.5 Общие требования к приготовлению буферных растворов — по ГОСТ 4919.2.

4.3.6 Для приготовления титрованных и буферных растворов навеску взвешивают в граммах с точностью до второго десятичного знака. Приготовленные растворы тщательно перемешивают. pH буферных растворов проверяют на универсальном иономере и при необходимости прибавляют кислоту, щелочь или водный аммиак для достижения соответствующего pH.

Допускается указывать конкретный способ проверки pH.

4.3.7 Титрование проводят с использованием бюретки 2-го класса точности вместимостью 50 см³ в конических колбах вместимостью от 250 до 750 см³.

4.3.8 Объемы титрованных растворов, а также взятую для анализа часть анализируемых растворов отмеряют с помощью пипеток или бюреток 2-го класса точности. Объемы растворов индикаторов отмеряют пипетками, объемы растворов реактивов — пипетками или цилиндрами, объемы воды — цилиндрами или мензурками.

4.3.9 Навеску анализируемого песка взвешивают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака в стаканчике для взвешивания.

4.3.10 Для приготовления растворов и проведения анализов применяют химические реактивы квалификации не ниже ч.д.а. — чистые для анализа, если в стандарте не оговорена другая степень чистоты.

4.3.11 Для фильтрования применяют бумажные фильтры (беззольные).

4.3.12 Для проведения испытаний применяют:

- посуду и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336;
- посуду и оборудование лабораторные фарфоровые по ГОСТ 9147;
- цилиндры, мензурки, колбы и пробирки по ГОСТ 1770;
- бюретки по ГОСТ 29251, ГОСТ 29252, ГОСТ 29253;
- пипетки по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227;
- эксикаторы по ГОСТ 23932, ГОСТ 25336.

4.3.13 При проведении анализов применяют чистую посуду. Перед первым применением колбы кипятят два раза в течение 1 ч. Перед каждым кипячением готовят свежий раствор соляной кислоты по ГОСТ 3118, раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³ (раствор соляной кислоты наполняют выше метки). Затем промывают колбы дистиллированной водой и кипятят еще два раза с дистиллированной водой в течение 1 ч.

4.3.14 Для взвешивания навесок анализируемых проб песка и осадков применяют лабораторные весы специального I класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с ценой деления не более 0,0002 г и наибольшим пределом взвешивания 200 г, и используют набор гирь класса точности F₁ по ГОСТ OIML R 111-1. Результат взвешивания записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака, если нет других указаний в нормативных документах на метод определения.

Для взвешивания навесок анализируемых проб песка при определении массовой доли влаги и гранулометрического состава, применяют лабораторные весы с погрешностью взвешивания не более 0,01 г.

4.3.15 Чашки с пробами песка перед взвешиванием охлаждают в эксикаторе по ГОСТ 23932, ГОСТ 25336. В качестве осушающего вещества в эксикаторах используют силикагель по ГОСТ 3956 или хлористый кальций по нормативной документации.

4.3.16 Измерение вспомогательных растворов, кислот и щелочей проводят мерной лабораторной посудой по ГОСТ 1770 (цилиндры, мензурки).

Допускается для измерения объемов растворов использовать другую мерную лабораторную посуду с метрологическими характеристиками не ниже указанных в ГОСТ 1770.

4.3.17 Для прокаливания и сплавления навесок анализируемых проб с плавнями применяют муфельные лабораторные электропечи или печи аналогичного типа с температурой нагрева до 1200 °С. Для сушки материалов в воздушной среде используют сушильные шкафы с терморегулятором.

4.3.18 При проведении анализов используют электрические плитки, водяные бани, термометры, колориметры фотоэлектрические, спектрофотокolorиметры, спектрометры, pH-метры.

4.3.19 При проведении анализов допускается применять другую посуду, лабораторное оборудование и приборы с метрологическими характеристиками не ниже указанных в настоящем стандарте.

4.3.20 Лабораторная измерительная посуда должна быть калибрована.

4.4 Требования к средствам измерений

4.4.1 Спектрометры должны проходить периодические поверки согласно методике поверки, разработанной в установленном порядке.

4.4.2 Подготовку средств измерений к работе проводят в точном соответствии с технологической инструкцией по ее эксплуатации.

4.4.3 Анализ песка проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометров.

4.4.4 Градуировку спектрометров осуществляют экспериментально при внедрении методики выполнения измерений с помощью стандартных образцов, аттестованных в соответствии с ГОСТ 8.315.

4.4.5 При анализе песка могут быть использованы другие методы анализа и средства измерений, прошедшие метрологическую аттестацию и имеющие точностные характеристики не ниже методов, предусмотренных настоящим стандартом.

4.5 Требования безопасности

4.5.1 Анализы песка следует проводить с соблюдением требований безопасности, изложенных в соответствующих стандартах на реактивы и методы приготовления растворов.

4.5.2 При выполнении анализов необходимо соблюдать следующие требования безопасности:

- анализы должны проводиться в специально оборудованной лаборатории;
- все работающие в лаборатории должны быть обеспечены необходимой спецодеждой и средствами индивидуальной защиты
- не допускается попадание реактивов на кожный покров и слизистые оболочки;
- при работе с горючими и взрывоопасными веществами должны соблюдаться требования безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004 и ГОСТ 12.1.010;
- при работе с вредными и ядовитыми веществами необходимо применять средства защиты по ГОСТ 12.4.296, индивидуальные средства защиты по ГОСТ 12.4.011, ГОСТ 12.4.028 и ГОСТ 12.4.103;
- при работе с кислотами и щелочами должны быть соблюдены правила безопасности, действующие в химических лабораториях и требования безопасности, указанные в нормативных документах на каждый вид реактива;
- электробезопасность при работе с электроустановками и электроприборами по ГОСТ 12.1.019;
- организация обучения персонала безопасности труда по ГОСТ 12.0.004;
- помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009;
- помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

4.5.3 Для выполнения работ в лаборатории должна быть разработана и утверждена в установленном порядке инструкция по охране труда.

4.5.4 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям гигиенических нормативов¹⁾ или других документов, утвержденных в установленном порядке.

4.6 Требования к условиям проведения анализа

4.6.1 Температура воздуха в помещении, относительная влажность и давление должны соответствовать нормам, установленным для них в нормативных документах и технической документации по эксплуатации приборов и оборудования, условиям хранения растворов, реактивов, если нет других указаний.

4.6.2 Если не установлены требования к условиям проведения анализа, то контроль проводят в специально оборудованном помещении при температуре окружающего воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Перед проведением анализа пробы выдерживают в лаборатории при указанной температуре не менее четырех часов.

Освещенность рабочего места при проведении анализа должна быть не менее 300 лк.

5 Контроль качества результатов

5.1 При фотоколориметрическом методе анализа градуировочный график строят в координатах: содержание определяемого элемента в миллиграммах — оптическая плотность анализируемого раствора.

¹⁾ В Российской Федерации действуют ГН 2.2.5.3532—18 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

Градуировочные графики проверяют не реже одного раза в 6 мес, а также при замене реактивов или фотокolorиметра.

5.2 Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью государственных (ГСО) или отраслевых стандартных образцов состава (ОСО), или стандартных образцов предприятия (СОП), утвержденных в установленном порядке в соответствии с ГОСТ 8.315.

5.3 Анализ пробы считается правильным, если результат анализа стандартного образца состава, выполненного одновременно с анализом пробы, отличается от аттестованной величины компонента в стандартном образце на значение, не превышающее допустимых расхождений, указанных в соответствующих стандартах на метод анализа.

5.4 Если в стандарте даны два или более метода анализа проб, то при контроле продукции разрешается пользоваться любым из приведенных методов.

5.5 Выполнение параллельных анализов (измерений) проводят в условиях повторяемости (результаты получают одним методом на идентичных объектах испытаний, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием аналогичного оборудования, в пределах короткого промежутка времени).

5.6 Если разность между результатами двух параллельных определений превышает допустимое значение, указанное в стандартах на метод анализа, то анализ повторяют.

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

6 Оформление результатов анализа

6.1 Результаты анализов, в том числе промежуточные, записывают в журнал. При необходимости результаты анализов оформляют протоколом, который содержит:

- 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 песок кварцевый, молотых песчаника, кварцита и жильного кварца;
- сведения об отборе проб;
- количество проанализированных проб;
- дату проведения анализа;
- обозначение настоящего стандарта;
- результаты анализа;
- фамилии, инициалы, 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: кварцевый песок, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц, правила отбора проб, требования безопасности, обработка результатов

БЗ 11—2019/15

Редактор *П.К. Одинцов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
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. 1,12.

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