

В соответствии с подпунктом 12 пункта 1 повестки дня ПРОТОКОЛА шестьдесят третьего заседания Совета по железнодорожному транспорту государств-участников Содружества от 4-5.11.2015г. утверждены, указанные в подпункте 12.4.2, Технические требования «Песок для песочниц локомотивов, следующих по территории государств-участников Содружества», которые приводятся в Приложении N 20.

Согласно подпункту 12.4, вводятся с действие со 1 декабря 2015 года.

Утверждено  
Советом по железнодорожному транспорту  
государств-участников Содружества  
протокол от «4-5» ноября 2015 г. № 63

**Технические требования**  
**Песок для песочниц локомотивов, следующих по территории государств –**  
**участников Содружества**

2015 г.

## Технические требования «Песок для песочниц локомотивов, следующих по территории государств – участников Содружества».

Настоящие Технические требования (ТТ) распространяются на песок для песочниц локомотивов, следующих по территории государств – участников Содружества.

Песок на поверхности контакта движущих колес и рельсов способствует реализации локомотивом наибольшей и устойчивой силы тяги по сцеплению. Самые лучшие условия сцепления локомотива с рельсами создает однородный по размерам частиц (0,5-0,2 мм) песок с наибольшим процентным содержанием кварца в его рабочей массе и с минимальным содержанием вредных, особенно глинистых примесей.

Исходя из этого, для локомотивов должен применяться песок с содержанием кварца не менее 75 % и глинистой составляющей не более 3,0 %.

### 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Песок предназначенный для песочниц локомотивов, должен удовлетворять требованиям настоящих ТТ по зерновому, минералогическому, химическому составу и влажности.

1.2. Зерновой состав, равно как и содержание кварца, является основным показателем качества песка и характеризуется распределением частиц по крупности, выраженным в процентах от общей массы песка.

1.3. Зерновой состав песка подразделяется на рабочую массу и пылевидные частицы.

1.4. Рабочую массу песка, поступающего после сушки и просеивания в песочницы локомотивов, составляют зерна размером от 0,1 до 2 мм включительно. Песок должен содержать рабочую массу в количестве не менее 90%.

1.5. В песке, поступающем в песочницы локомотивов, содержание зерен размером свыше 2 мм не допускается; крупные зерна после просушки песка в сушильных печах должны отсеиваться через сетку с размером стороны ячейки в свету 2 мм.

1.6. Содержание пылевидных частиц (зерен диаметром менее 0,1 мм) в песке допускается не более 10 %, в том числе глинистой составляющей в песке не более 3 %.

1.7. К глинистой составляющей условно относятся частицы (независимо от их минералогического и химического состава), скорость оседания которых в

воде средней жесткости при температуре 15-20°C составляет менее 25 мм в минуту. Такие частицы имеют размер в поперечнике менее 0,022 мм.

1.8. Содержание частиц по крупности (фракций) в песке должно соответствовать данным табл.1. Данные указаны в процентах остатков зерен песка на ситах (по весу) при последовательном просеивании песка через комплект сит.

Таблица 1

Нормальный размер стороны ячейки сита в свету, мм					Пылевидные частицы не более	
2.0	1.0	0.5	0,2	0,1	Остаток в тазике	Глинистая составляющая
Не должно быть	Не более 10%	Не более 30%	Не менее 30%	Не более 25%	7,0%	3,0%

1.9. Минералогический состав песка предназначенного для локомотивов, должен удовлетворять требованиям табл. 2.

Таблица 2

Содержание зерен в отмученном песке, %	
Кварца не менее	Полевого шпата, а также других минералов и горных пород не более
75	25

1.10. Под влажностью песка понимается суммарное содержание в нем механически примешанной воды и гигроскопической влаги, выраженное в процентах от массы песка. Влажность песка, подаваемого в песочницы локомотивов, не должна превышать 0,5 %.

1.11. Песок по своему химическому составу, должен удовлетворять требованиям табл. 3.

Таблица 3

Потери при прокаливании не более, %	Двуокись кремния (кремнезем) SiO <sub>2</sub> не менее, %	Окись алюминия (глинозем) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> не более, %	Остальные составляющие песка: CaO; MgO; (K <sub>2</sub> O + Na <sub>2</sub> O) и др. не более, %
1	85	5	9

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки устанавливаются железнодорожными администрациями или владельцем инфраструктуры.

## 3. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

### 3.1. Отбор проб.

#### 3.1.1. Отбор проб из месторождений.

3.1.1.1. Ответственность за отбор проб из месторождений песка и проведение их анализа на предмет соответствия настоящим ТТ несет поставщик. Отбор проб и анализ песка должен производиться поставщиком в соответствии с требованиями ГОСТ 8735-88 «Песок для строительных работ. Методы испытаний». В договоре поставки должна быть предусмотрена ответственность поставщика за соответствие всего объема поставляемой продукции настоящим ТТ.

#### 3.1.2. Отбор контрольных проб.

##### 3.1.2.1. Отбор контрольных проб производится следующим порядком:

а) от каждой партии песка, прибывшей из месторождения в сервисное локомотивное депо, работником дорожной лаборатории и руководителем, ответственным за экипировку локомотивов в количестве не менее 5 кг из каждого пятого вагона прибывшего состава (вертушки) или из каждого штабеля выгруженного песка;

б) из пескосушилки – работником дорожной лаборатории и руководителем, ответственным за экипировку локомотивов в количестве около 1 кг;

в) из песочницы локомотива - работником дорожной лаборатории и экипировщиком в количестве около 1 кг.

3.1.2.2. В оборотных эксплуатационных локомотивных депо отбор контрольных проб разрешается производить дежурному по депо или его помощнику вместе с руководителем, ответственным за экипировку локомотивов и машинистом (мотористом) пескоподачи.

3.1.2.3. Из железнодорожных вагонов (платформ, полувагонов) отбор проб производится согласно ГОСТ 2198-76 в углах не ближе 300 мм от стенок и из середины насыпи на пересечении ее диагоналей (рис. 1). Из большегрузных вагонов пробы берутся в 8 точках (рис. 2). Щуп, совок или лопата должны проникать на глубину 100-200 мм.

3.1.2.4. Из штабелей пробы отбираются не ближе 300 мм от краев насыпи на глубине 100-200 мм от поверхности в 10-25 равномерно отстоящих друг от друга точках в зависимости от количества проверяемой партии (рис. 2).

3.1.2.5.

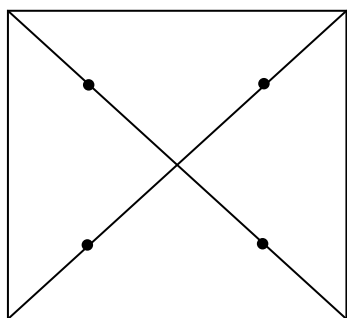


Рис. 1

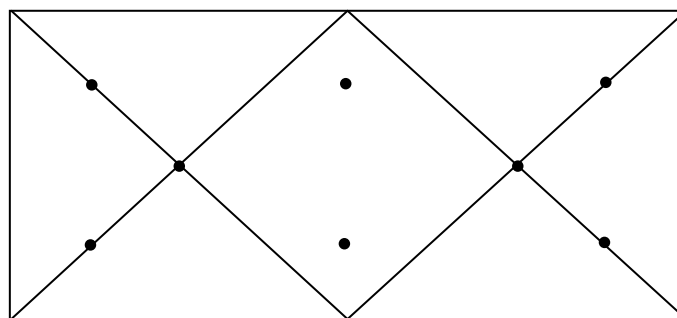


Рис.2

3.1.2.5. Из пескосушилок пробы отбираются после просушки песка и его отсева через сетку с размерами отверстий 2 мм (в барабанных сушилках из разгрузочной камеры).

3.1.2.6. Из песочниц локомотивов пробы отбираются: на электровозах и на тепловозах через очистной люк форсунки; на паровозах из различных мест по глубине слоя в песочнице и у мест подвода песка к форсунке.

3.1.2.7. Каждая проба песка в лаборатории депо просеивается через сито с отверстиями 2 мм и после определения процентного состава частиц более 2 мм сокращается квартованием до 300-500 г. для последующих испытаний и анализа песка.

При несоответствии результатов анализа контрольной пробы, взятой из прибывшей партии песка требованиям Технических условий на его качество, контрольная проба отсылается в дорожную лабораторию, о чем извещаются дирекция тяги, локомотивное депо и управление карьера. При отсылке песка на контрольный анализ, в дорожную лабораторию предварительный отсев песка через сито с отверстиями 2 мм не производится.

3.1.2.8. Все данные об отборе проб лабораторных анализов песка для локомотивов как в дорожных, так и в деповских лабораториях заносятся в специальный журнал с указанием места и даты отбора пробы и результатов анализа. Журнал хранится у руководителя лаборатории.

## 3.2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗЕРНОВОГО СОСТАВА

Сначала определяются фракции с размерами частиц менее 0,022 мм (глинистая составляющая) - методом отмучивания, а затем песчаная основа рассевом на ситах.

3.2.1. Определение глинистой составляющей

Выделение глинистой составляющей из песка производится путем отмучивания нормальным или ускоренным методом (ускоренный метод отмучивания песка применяется только в подразделениях дорожных лабораторий).

Для определения глинистой составляющей из имеющейся в лаборатории представительной пробы отбирают 300-500 г песка и высушивают его до постоянной массы. Из высушенного песка отбирают две навески по  $(50 \pm 0,01)$  г, в которых определяется методом отмучивания содержание глинистой составляющей. За показатель принимают среднее арифметическое обоих результатов. В случае если расхождения между результатами этих испытаний превысят 10 % значения среднего арифметического, испытание должно быть проведено повторно на двух новых образцах из той же пробы.

#### 3.2.1.1. Нормальный метод отмучивания

$(50 \pm 0,01)$  г песка, предварительно высушенного до постоянной массы, засыпают в сосуд емкостью  $1 \text{ дм}^3$ , диаметром 90- 100 мм, затем наливают в него  $475 \text{ см}^3$  воды средней жесткости (около  $4 \text{ мг-экв/дм}^3$ ) при температуре  $15-20 \text{ }^\circ\text{C}$  и  $25 \text{ см}^3$  водного раствора едкого натра (концентрация 10 г едкого натра на  $1000 \text{ см}^3$  дистиллированной воды).

Наполненный сосуд плотно закрывают пробкой и устанавливают на прибор для взбалтывания. Взбалтывание производится в течение часа при вращении прибора со скоростью около 60 об/мин (допускается использование любого прибора, предназначенного для взбалтывания, при условии, чтобы была обеспечена указанная скорость вращения и сосуд при каждом обороте поворачивался вверх дном).

По окончании взбалтывания сосуд снимают с прибора, открывают его и тщательно смывают водой внутрь сосуда частицы песка, приставшие к пробке. Затем сосуд доливают водой до заранее отмеченной черты на высоте 150 мм от дна сосуда, энергично взмучивают содержимое струей наливаемой воды или палочкой и дают ему спокойно отстояться в течение 10 мин. По истечении 10 мин воду из сосуда сливают до уровня 25 мм со дна с помощью введенной в сосуд сифонной трубки с внутренним диаметром 6-9 мм (рис. 3). Операции доливания водой, взмучивания, отстаивания в течение 10 мин и сливания воды сифоном повторяют еще раз.

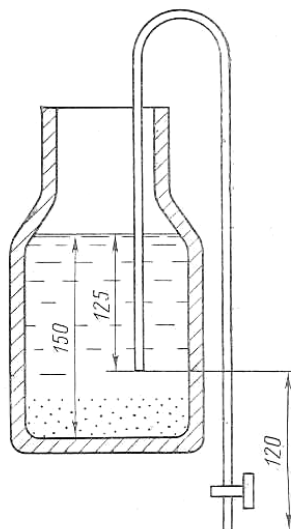


Рис.3

В третий раз сосуд доливают водой до того же уровня и взмучивают содержимое, оставляют в покое на 5 мин и опять сливают воду тем же порядком.

Операции доливания водой, взмучивания и пятиминутного отстаивания с последующим сливанием воды сифоном повторяют до тех пор, пока жидкость над песком в сосуде после отстаивания не будет совершенно прозрачной.

В дальнейшем содержимое сосуда переносят на заранее высушенную и взвешенную фильтровальную бумагу, заложенную в отсасывающую воронку или в воронку диаметром 9 см. Когда вода стечет, осадок вместе с фильтром переносят на часовое стекло и просушивают до постоянной массы при температуре 105-110°C. Допускается сушка осадка в фарфоровой чашке.

Высушенный осадок взвешивают с точностью до 0,01 г. Потеря в массе против первоначальной дает величину глинистой составляющей в граммах, а умножением на 2 определяется ее значение в процентах.

#### 3.2.1.2. Ускоренный метод отмучивания

(50±0,01) г песка, предварительно высушенного до постоянной массы, засыпают в стеклянный стакан емкостью 1 дм<sup>3</sup>, затем наливают в него 250 см<sup>3</sup> кипящей воды средней жесткости или дистиллята и 10 см<sup>3</sup> раствора едкого натра (концентрация 10 г едкого натра в 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды). Стакан помещают на нагревательный прибор и кипятят содержимое стакана в течение 3 мин (считая с начала кипения) при постоянном перемешивании стеклянной палочкой. После этого стакан снимают с прибора и добавляют в него при энергичном взмучивании 10 см<sup>3</sup> раствора едкого натра и столько воды при температуре 15-20°C, сколько требуется для того, чтобы уровень жидкости находился на высоте около 150 мм от дна стакана.

Содержимому стакана дают отстояться в течение 10 мин, а затем воду сливают, как указано в п. 3.2.1.1. После этого снова доливают водой до того же



уровня, но уже без добавления раствора едкого натра, энергично взмучивают содержимое и дают ему отстояться в течение 5 мин, по истечении которых вторично сливают воду тем же порядком. В дальнейшем поступают, как описано в п. 3.2.1.1, т. е. доливают водой, взмучивают, отстаивают в течение 5 мин и сливают воду сифоном, повторяя эти операции до тех пор, пока вода над песком в сосуде после отстаивания не будет совершенно прозрачной.

### 3.2.2. Определение песчаной основы

После определения в двух навесках глинистой составляющей отмученный песок смешивается.

Для определения зернового состава из этого песка отбирается одна навеска массой  $[(50-a) \pm 0,01]$  г, где  $a$  - средняя масса глинистой составляющей. Зерновой состав определяют при помощи прибора, состоящего из набора сит диаметром 200 мм с номинальным размером стороны ячейки или диаметра отверстий в свету: 2,0; 1,0; 0,5; 0,2 и 0,1 мм и верхней и нижней (тазик) крышек того же диаметра.

Навеску помещают в этот прибор и производят рассев на вибраторе или вручную в течение 15 мин. при периодическом постукивании прибора, после чего набор сит осторожно разбирают, остатки на каждом из сит и в тазике, служащем дном прибора, высыпают отдельно на глянцевую бумагу или клеенку и тщательно прочищают дно и стенки сит мягкой щеткой.

Каждый из остатков взвешивают с точностью до 0,01г. Совокупность зерен, оставшихся на каждом сите, составляет отдельную фракцию с размерами частиц в пределах размеров отверстий вышестоящего и данного сита. Совокупность частиц, скопившихся в тазике, составляет фракцию с размерами частиц менее 0,10 мм, но более 0,022 мм.

Для определения процентного содержания в песке отдельных фракций полученную массу каждой из них в граммах, включая и массу отмученной фракции (глинистой составляющей), умножают на 2. Вычисленные данные сводят в специальную форму (табл. 4).

Таблица 4

Размеры отверстий сит, мм	Остатки на ситах (фракция)	
	г	%
2,0	0,00	0
1,0	1,50	3
0,5	12,00	24
0,2	32,00	64
0,1	3,00	6
Тазик	1,00	2
Итого песчаная основа	49,50	99
Глинистая составляющая	0,50	1

Всего	50	100
-------	----	-----

Примечания.

1. Расхождения в результатах анализа не должны превышать  $\pm 1$  % от взятой навески.
2. В случае отсутствия полного набора сит с тазиком рассев песка производят последовательно через каждое имеющееся сито указанного размера.
3. В деповских лабораториях при испытании контрольных проб допускается просеивание песка только на двух ситах 2,0 и 0,1 мм.
4. Перед проведением испытаний проб песка, но не реже 2 раз в год необходимо провести осмотр сит через лупу для проверки и устранения дефектов сеток.

### 3.3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КВАРЦА

Из оставшейся части отмученного песка (после определения в нем глинистой составляющей) отбирают навеску 0,5 г. Из этой навески песка, насыпанного на лист белой бумаги или на стекло при рассмотрении через лупу с 10-ти или 20-кратным увеличением, укрепленную на штативе, или бинокулярную лупу или микроскоп производится тщательный отбор зерен кварца (прозрачных стекловидных песчинок) деревянной палочкой толщиной около 1,5-2 мм. При наличии в песке прозрачных, но неоднородно окрашенных или скатанных по углам мутноватого цвета кристаллов отнесение их к кварцу должно производиться по эталонным образцам, установленным минералогическим анализом при геологической разведке данного месторождения песка. Масса отобранных зерен, отнесенная к первоначально взятому количеству и умноженная на 100, дает процентное содержание кварца в песке.

При определении кварца в чистых и одноцветных песках допускается иметь навеску 0,2 г вместо 0,5 г.

### 3.4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВЛАГИ

Для определения влаги из представительной пробы отвешивают ( $50 \pm 0,01$  г.) песка в предварительно-высушенном и взвешенном стаканчике (или фарфоровой чашке) и высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре 105-110° С, в течение 1-2 ч. После высушивания навеску охлаждают в эксикаторе до температуры 15-20°С и снова взвешивают.

Содержание влаги ( $\bar{x}$ ) в процентах вычисляют по формуле:

$$\bar{x} = \frac{G-G_1}{G} 100,$$

G - первоначальная масса навески песка, г;

G<sub>1</sub>- масса навески песка после сушки, г.

Допускается определение содержания влаги в песке производить при помощи влагомера.

### 3.5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА

Из оставшейся части представительной пробы песка отбирают путем квартования навеску 50 г и измельчают песок до тех пор, пока он полностью не пройдет через сито с отверстиями 0,20 мм.

В случае применения стальной или чугунной ступки обязательна очистка пробы (после измельчения) от железа при помощи магнита.

От 50 г. просеянного через сито порошка после его тщательного перемешивания отбирают квартованием 10-15г. и измельчают в агатовой (или яшмовой) ступке до тех пор, пока при растирании пробы на ощупь не перестанут ощущаться отдельные крупинки.

Приготовленная таким путем аналитическая проба служит для химического анализа. Перед взятием навески проба должна быть высушена при температуре 105-110° С и тщательно перемешана. При выполнении химического анализа взвешивание производится на аналитических весах с точностью до ±0,0002 г. При анализе должны применяться только проверенные (на чистоту) стандартные реактивы, дистиллированная вода и беззольные фильтры.

Химический анализ песка включает следующие определения: потери при прокаливании; содержание двуокиси кремния; содержание суммы окисей алюминия и железа; содержание окиси железа; содержание окиси алюминия.

#### 3.5.1. Определение потери при прокаливании

Из навески пробы, приготовленной для химического анализа, отбирают квартованием около 1 г. пробы, высушенной при температуре 105—110° С, помещают в прокаленный, доведенный до постоянной массы фарфоровый тигель и постепенно нагревают на пламени горелки или в электрической печи до температуры 950-1000° С и выдерживают при этой температуре не менее 1 ч. Затем тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Повторяют прокаливание (по 10 мин) до достижения постоянной массы.

Потерю при прокаливании  $P$  в процентах вычисляют по формуле:

$$P = \frac{g - g_1}{g} 100,$$

где  $g$ - масса навески до прокаливания, г;

$g_1$  - то же после прокаливания, г.

Расхождения в результатах параллельных определений потери при прокаливании, проведенных в одной лаборатории, не должны превышать 0,2%, в разных лабораториях - 0,4%.

#### 3.5.2. Определение содержания двуокиси кремния

Содержание двуокиси кремния определяется нормальным или ускоренным методом.

#### 3.5.2.1. Нормальный метод

Навеску 0,5 г, приготовленную, как описано выше, прокаливают в платиновом тигле при температуре 600-1000° С, охлаждают и смешивают с 6-кратным количеством (по массе) безводного углекислого натрия или калия-натрия углекислого. Закрыв тигель платиновой крышкой, осторожно нагревают его на небольшом пламени горелки или в электропечи, постепенно повышая температуру до 950-1000° С, и сплавляют навеску до прекращения выделения пузырьков углекислого газа.

Сплав охлаждают при наклонном положении тигля, переносят в фарфоровую чашку, накрывают чашку стеклом и осторожно разлагают сплав разбавленной (1:1) соляной кислотой (30 см<sup>3</sup>). Приставшие к стенкам тигля частицы смывают в фарфоровую чашку горячей водой и небольшим количеством соляной кислоты.

После полного разложения сплава снимают стекло, обмывают его над чашкой горячей водой и выпаривают содержимое чашки на водяной бане досуха. Чашку снимают с бани и после охлаждения остаток смачивают концентрированной соляной кислотой (плотность 1,19 г/см<sup>3</sup>) выдерживают 15-20 мин, прибавляют около 75 см<sup>3</sup> кипящей воды, перемешивают, дают раствору отстояться и фильтруют через фильтр диаметром 9-11 см (белая лента), промывая осадок горячей водой до удаления ионов хлора (проба 1 %-ным раствором азотнокислого серебра).

Фильтрат с промывными водами переводят в ту же фарфоровую чашку и вторично выпаривают на водяной бане досуха. Чашку с сухим остатком нагревают в сушильном шкафу при температуре 105-110° С в течение 1 ч. При охлаждении сухой остаток смачивают 10-15 см<sup>3</sup> горячей воды и отфильтровывают осадок кремниевой кислоты на беззольный фильтр диаметром 7-9 см.

Частички кремниевой кислоты, приставшие к чашке, переносят на фильтр при помощи слегка увлажненного кусочка фильтра. Осадок на фильтре промывают горячей водой до удаления ионов хлора (проба 1 %-ным раствором азотнокислого серебра).

Фильтрат и промывание воды собирают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят до межи водой, перемешивают и используют для определения суммы окисей алюминия и железа. Фильтры с осадками кремниевой кислоты помещают во взвешенный платиновый тигель и, закрыв его крышкой, постепенно нагревают до полного выделения газообразных продуктов, не допуская при этом вспыхивания фильтров, так как при энергичном их разложении возможны потери двуокиси кремния вследствие уноса ее выделяющимися газами. Затем, несколько сдвинув крышку тигля, нагревают

его сильней, пока осадок не побелеет и, наконец, закрыв тигель, прокаливают при температуре 1000° С в течение 40 мин. Охлажденный в эксикаторе тигель с осадком взвешивают. Прокаливание повторяют (по 10 мин) до достижения постоянной массы.

Содержание двуоксида кремния SiO<sub>2</sub> в процентах вычисляют по формуле:

$$S_{iO_2} = \frac{g_1}{g} 100,$$

где g<sub>1</sub> — масса прокаленного осадка, г.

g — масса навески сухого песка, г.

Только в случае получения загрязненной кремниевой кислоты после прокаливания требуется обработка осадка плавиковой кислотой.

#### 3.5.2.2. Ускоренный метод

После определения потери при прокаливании в платиновый тигель с прокаленной навеской приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты плотностью 1,4 г/см<sup>3</sup>, не содержащей хлора, и 5-6 см<sup>3</sup> 40%-ной плавиковой кислоты.

Накрыв тигель крышкой, нагревают в течение 30 мин на электрической плитке (обязательно под тягой), не доводя до кипения во избежание потерь от разбрызгивания. Крышку обмывают над тигелем азотной кислотой (1:1), а оставшиеся на крышке частицы пробы переносят в тигель при помощи платиновой проволоки, которую также обмывают азотной кислотой (1:1).

В тигель приливают еще 2-3 см<sup>3</sup> плавиковой кислоты и выпаривают содержимое тигля досуха. Сухой остаток обрабатывают 4 см<sup>3</sup> азотной кислоты плотностью 1,4 г/ом<sup>3</sup> и снова выпаривают. Обработку азотной кислотой повторяют 3 раза, после чего прокаливают тигель на небольшом пламени или на электрической плитке под тягой до прекращения выделения окислов азота. После этого переносят тигель в муфель, прокаливают 10 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы.

Содержание двуоксида кремния SiO<sub>2</sub> в процентах вычисляют по формуле:

$$S_{iO_2} = \frac{g_1 - g_2}{g} 100,$$

где g<sub>1</sub> - масса прокаленной навески песка, г;

g<sub>2</sub>- масса остатка в тигле после обработки навески азотной и плавиковой кислотами, г;

g - масса навески песка до прокаливания, г.

В случае загрязненной плавиковой кислоты при вычислении вводят поправку глухого опыта.

Расхождения в результатах параллельных определений двуокси кремния, проводимых нормальным и ускоренным методами в одной лаборатории, не должны превышать 0,5%, в разных лабораториях - 1,0%.

Остаток в тигле после определения кремниевой кислоты сплавляют с пиросульфатом калия, сплав растворяют в разбавленной соляной кислоте и полученный раствор переводят в мерную колбу на 250 см<sup>3</sup> и используют для определения суммы окисей алюминия и железа и окиси железа одним из способов, предусмотренных настоящими ТУ.

Допускается определение окиси кремния ускоренным методом, указанным в ГОСТ 6139-78 «Песок нормальный для испытания цементов».

### 3.5.3. Определение содержания суммы окисей алюминия и железа

Определение содержания суммы окисей алюминия и железа производят из аликвотной части фильтрата после выделения кремниевой кислоты.

Для производства анализа из мерной колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> берут пипеткой 100 см<sup>3</sup> раствора, помещают в стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup> и нагревают до кипения. Затем, сняв с плитки, прибавляют 3-4 капли метилового красного и осаждают гидроокиси железа и алюминия раствором аммиака, который прибавляют по каплям при помешивании до пожелтения раствора. Далее стакан с осадком снова нагревают в течение 2-3 мин, после чего снимают его, дают осадку осесть (до просветления жидкости над осадком), фильтруют через беззольный фильтр диаметром 9 см (белая или красная лента). Осадок промывают 2-3 раза горячим раствором азотнокислого аммония, фильтр с осадком переносят в стакан, где производилось осаждение, а воронку обмывают водой над стаканом с фильтром. Осадок растворяют в 20-25 см<sup>3</sup> соляной кислоты, растирая фильтр в кашицеобразную массу, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup> и вторично осаждают гидраты окисей аммиаком, как было указано выше. Затем фильтруют через беззольный фильтр диаметром 9-11 см (белая или красная лента), промывают горячим 2 % -ным раствором азотнокислого аммония до полного удаления ионов хлора (проба 1 % -ным раствором азотнокислого серебра, подкисленным азотной кислотой).

Слегка подсушенный фильтр с осадком гидроокисей алюминия и железа помещают в прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель, осторожно озоляют, прокаливают при температуре 1000° С в течение 30—40 мин и после охлаждения в эксикаторе взвешивают. Прокаливание повторяют (по 10 мин) до достижения постоянной массы. Содержание суммы окисей железа и алюминия в процентах вычисляют по формуле:

$$\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{g_1 K * 100}{g},$$

где  $g_1$  — масса осадка в тигле после прокаливания, г;

$K$  — коэффициент приведения к объему раствора  $250 \text{ см}^3$ ;  
 $g$  — масса навески песка, высушенного при температуре  $105-110^\circ \text{ C}$ , г.

#### 3.5.4. Определение содержания окиси железа

Определение содержания окиси железа проводят фотоколориметрическим методом ГОСТ 22552.2-77. Сущность метода заключается в образовании желтого комплексного соединения железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде при  $\text{pH} \approx 11,5$  и фотометрировании окрашенного раствора.

Для проведения анализа необходимо приготовить следующие реактивы:

аммиак водный, разбавленный 1:1,5;

аммоний азотнокислый, водный раствор концентрации  $20 \text{ г/дм}^3$ ;

кислота сульфосалициловая, водный раствор концентрации  $200 \text{ г/дм}^3$ ;

аммоний хлористый, водный раствор концентрации  $53,5 \text{ г/дм}^3$  (при необходимости раствор отфильтровать);

индикатор метиловый красный, спиртовой раствор концентрации  $0,001 \text{ г/см}^3$ ;

стандартные растворы окиси железа;

раствор А, содержащий  $1 \text{ мг Fe}_2\text{O}_3$  в  $1 \text{ см}^3$ , приготавливают следующим образом:  $6,0397 \text{ г}$  железоаммонийных квасцов растворяют в  $100 \text{ см}^3$  воды, подкисленной  $9 \text{ см}^3$  соляной кислоты, переносят раствор в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$ , доливают водой до отметки и перемешивают.

Титр раствора ( $T$ ) устанавливают весовым методом. Для этого из бюретки отмеряют отдельно  $10$ ,  $20$  и  $30 \text{ см}^3$  стандартного раствора А в стаканы емкостью  $300 \text{ см}^3$ , доливают водой до объема  $100-150 \text{ см}^3$ , нагревают до кипения и осаждают гидроокись железа аммиаком, прибавляя его до появления слабого запаха. Полученный осадок отфильтровывают на легкий беззольный фильтр (белая лента), промывают горячим раствором азотнокислого алюминия, 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  $800^\circ \text{ C}$ . Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Титр раствора ( $T$ ) в  $\text{мг/см}^3$  вычисляют по формуле:

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

где  $m$  — масса прокаленного осадка, г;

$V$  — объем раствора, взятый для осаждения,  $\text{см}^3$ .

Раствор Б: отбирают  $100 \text{ см}^3$  раствора А, помещают в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$ , доливают водой до метки и перемешивают;  $1 \text{ см}^3$  раствора содержит  $0,1 \text{ мг}$  окиси железа.

Если же раствор А получился с концентрацией, несколько отличной от 1 мг/см<sup>3</sup>, то раствор Б готовят с учетом поправки так, чтобы титр раствора Б был бы точно 0,1 мг/см<sup>3</sup>.

Раствор В: 100 см<sup>3</sup> раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают; 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,01 мг окиси железа.

Проведение анализа.

Из мерной колбы с фильтратом после выделения кремниевой кислоты отбирают аликвотную часть раствора и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Объем аликвотной части в зависимости от содержания окиси железа в песке указан в табл. 5.

Таблица 5

Содержание Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> в анализируемом песке, %	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>	Номер калибровочного графика
0,05-0,1	50	II
0,1-0,2	25	II
0,2-1,0	50	I
1,0-2,0	25	I
2,0-5,0	10	I
Более 5,0	5	I

Затем приливают 10 см<sup>3</sup> хлористого аммония, 15 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, по каплям 25%-ный водный аммиак до появления устойчивой желтой окраски и 3 см<sup>3</sup> аммиака (1:1,5) в избыток, доливают водой до отметки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектро-колориметре с синим светофильтром ( $\lambda = 400\text{ч-}450\text{ нм}$ ) 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: первый - строят 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 см<sup>3</sup> отмеривают бюреткой 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 и 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, по 15 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты и по каплям раствор аммиака (1:1,5) до устойчивой желтой окраски и по 30 см<sup>3</sup> в избыток, доливают водой до метки и перемешивают.



Предварительно готовят «нулевой» раствор, содержащий в объеме 100 см<sup>3</sup> те же реактивы и в тех же количествах, что и испытуемый раствор.

Оптическую плотность растворов измеряют, как указано выше. Раствором сравнения служит «нулевой» раствор. Строят график содержания окиси железа в колориметрируемом растворе.

Второй градуировочный график строят так же, как и первый, используя стандартный раствор В в указанных выше количествах.

Содержание окиси железа (x) в процентах вычисляют по формуле:

$$\bar{x} = \frac{m_1 V 100}{V_1 m 1000},$$

где  $m_1$  — количество окиси железа, найденное по градуировочному графику, мг;

$V$  — объем исходного раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$t$  — величина навески пробы, г.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 6.

Таблица 6

Массовая доля окиси железа, %	Допускаемое расхождение (%) при проведении анализа	
	в одной лаборатории	в разных лабораториях
До 0,05	0,002	0,004
От 0,05 до 0,1	0,005	0,01
» 0,1 > 0,5	0,02	0,04
» 0,5 > 1,0	0,05	0,10
» 1,0 » 2,0	0,10	0,20

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

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

### 3.5.5. Определение содержания окиси алюминия

Зная процентное содержание суммы окисей алюминия и железа и определив по вышеизложенному окись железа, вычисляют процентное содержание окиси алюминия по следующей формуле:

$$Al_2O_3 = (Fe_2O_3 + Al_2O_3) - Fe_2O_3\%.$$

Сумма остальных компонентов в химическом составе песка - окись кальция (CaO), окись магния (MgO), щелочи ( $K_2O + Na_2O$ ) и другие - определяется вычислением по разности масс.

Ввиду того что они вместе составляют небольшой процент в составе песка, их раздельное определение необязательно.

#### 4. ТРАНСПОРТИРОВКА И ХРАНЕНИЕ

4.1. Из месторождений песок может транспортироваться на открытых железнодорожных платформах или полувагонах в условиях для группы ОЖЗ по ГОСТ 15150-69.

4.2. Хранение песка в сервисном локомотивном депо должно осуществляться в специально оборудованных помещениях, защищенных от попадания в них атмосферных осадков (группы ОЖ4 по ГОСТ 15150-69). Допускается хранение сырого песка в штабелях на открытых площадках в условиях ОЖЗ по ГОСТ 15150-69.

#### 5. УКАЗАНИЯ ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

Песок, предназначенный для локомотивов, должен подвергаться сушке и последующему просеиванию для удаления крупных частиц согласно требованию пункта 1.5 настоящих Технических Требований. Температура нагрева песка при его сушке любым способом не должна превышать  $350^{\circ}C$ .

#### 6. ГАРАНТИИ ПОСТАВЩИКА

Поставщик должен гарантировать соответствие отгружаемого песка настоящим ТТ.

В случае отгрузки поставщиком партии песка неудовлетворительного качества последняя бракуется и возвращается поставщику, который несет в этом случае материальную ответственность за возникшие у ОАО «РЖД» издержки.

## Бланк-Справка качества песка

Химико-техническая лаборатория \_\_\_\_\_

Песок \_\_\_\_\_ месторождения \_\_\_\_\_

Качество песка по данным анализа пробы этого пласта, отобранной

(число, месяц, год)

лаборантом \_\_\_\_\_ лаборатории \_\_\_\_\_

представителем \_\_\_\_\_ поставщика \_\_\_\_\_

## А. Зерновой состав

Показатель	Рабочая масса песка (по фракциям)					Пылевидные частицы размером меньше 0,1 мм	
	Нормальный размер стороны ячейки сита в свету мм						
	2,0	1,0	0,5	2,0	0,1	Остаток в тазике	Глинистая составляющая
Остаток песка на ситах, %							

## Б. Минералогический состав

Кварц, %	Полевой шпат и другие минералы, %
----------	-----------------------------------

## В. Химический состав

Потеря при прокаливании, %	Двуокись кремния (кремнезём) SiO <sub>2</sub>	Окись алюминия (глинозём) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Остальные составляющие песка, %
-------------------------------	-----------------------------------------------------	-------------------------------------------------------------	---------------------------------------

Руководитель организации-поставщика \_\_\_\_\_

Дата \_\_\_\_\_ Подпись \_\_\_\_\_

## Перечень оборудования, необходимого для контроля продукции

Наименование оборудования	Обозначение документа (ГОСТ, ТУ)	Основные технические характеристики	Количество на 1 рабочее место
Посуда мерная лабораторная стеклянная	ГОСТ 1770-74		
Пипетки без делений		Вместимость 1, 5, 50, 100 см	2
Бюретки		Вместимость 25 см	2
Колбы конические	ГОСТ 25336-82	250 см	5
Капельницы		25-50 см	4
Колбы мерные	ГОСТ 1770-74	100, 250 и 1000см	4
Цилиндры мерные		10, 25, 250 и 500 см	1
Насосы водоструйные лабораторные стеклянные		0,025 дм	3
Чашки выпарительные	ГОСТ 9147-80	9 и 20 см	3
Воронки Бюхнера		№ 2-4; 80-130 мм	4
Стекля часовые			5
Стаканы стеклянные лабораторные	ГОСТ 25336-82	Вместимость 150 и 1000 см	4
Калорифер фотоэлектрический концентрированный КФК-2-УХЛ4.2		Допустимая погрешность измерений не более $\pm 1\%$ Пределы измерений коэффициента пропускания 100-5%, оптической плотности 0-1,3	1

		Спектральный диапазон работы 315-980 нм	
Воронки химические стеклянные	ГОСТ 25336-82	8-10 см	5
Пробирки калориметрические с притертой пробкой и отметкой на 50 мм			20
Тигли фарфоровые для прокаливания			4
Ступка фарфоровая			1
Ступка агатовая			1
Тигель платиновый с крышкой			3
Эксикатор без крана Э-250	ГОСТ 25336-82		1
Баня водяная		220 В, вместимость резервуара 2,25 дм	3
Печь муфельная с терморегулятором СНОЛ 1,6. 2,5.1/11-И2		220 В; 50 Гц; 3,0 кВт; 1100 С	1
Щипцы тигельные			2
Шкаф сушильный с терморегулятором 2В-151		220 В, 50 Гц; 560 А	1
Весы лабораторные аналитические ВЛР-200		2 кл. = 0,5 мг	1
Весы лабораторные технические ВЛР-1 кг		3 кл. = 10 мг	1
Бумага фильтровальная лабораторная	ГОСТ 12026-76	Синяя лента, желтая лента, диаметр 11 см	10 пачек
Набор сит металлических		200 мм с номинальным размером	1

		стороны ячейки или диаметра отверстий в свету: 2; 1,0; 0,2; 0,1 мм	
Лупа с 10- или 20- кратным увеличением или бинокулярная лупа			1