

ДОЛОМИТ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ**Метод определения содержания окиси алюминия**Dolomite for glass industry.
Method for the determination
of aluminium oxide content**ГОСТ**
23673.3—79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 мая 1979 г. № 1946 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на доломит, предназначенный для стекольной промышленности, и устанавливает комплексометрический метод определения содержания окиси алюминия, растворимой в соляной кислоте.

Метод основан на обратном титровании катионов алюминия в присутствии ацетатного буферного раствора при $\text{pH}=5,2-5,8$ в присутствии индикатора кислородного оранжевого. Избыток трилона Б оттитровывают раствором сернистого цинка.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23673.0—79.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:
кислоту серную по ГОСТ 4204—77;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—77;
аммиак водный по ГОСТ 3760—64, 25%-ный и 10%-ный растворы;
гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 10%-ный раствор, приготовленный по ГОСТ 10398—76;
кислоту уксусную по ГОСТ 61—75, 80%-ный раствор;
аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78;
бумагу индикаторную конго;

индикатор ксиленоловый оранжевый, 0,1%-ный водный раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;

ацетатный буферный раствор pH=5,2—5,8, приготовленный следующим образом: 100 г уксуснокислого аммония растворяют в 300—400 мл воды (для лучшего растворения раствор подогреть). Раствор отфильтровывают, приливают 10 мл уксусной кислоты, доливают водой до объема 1000 мл и перемешивают;

цинк гранулированный по ГОСТ 989—75;

цинк сернокислый по ГОСТ 4174—77, точно 0,05 н. раствор, изготовленный или из фиксаля или следующим образом: наеску металлического гранулированного цинка массой 1,6345 г, измельченного в стружку, помещают в стакан вместимостью 300—400 мл, приливают 150—200 мл воды, 2,0—2,5 мл серной кислоты, нагревают на водяной или песчаной бане до растворения цинка (значительного избытка кислоты допускать не рекомендуется). Затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают;

соль динатриевую этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,05 н. раствор, приготовленный по ГОСТ 10398—76 (масса навески трилона Б—9,31 г).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. От фильтрата, полученного по 23673.1—79, в коническую колбу вместимостью 250 мл с помощью бюретки отбирают аликвотную часть объемом 50 или 100 мл (в зависимости от содержания окиси алюминия), приливают 15 мл раствора трилона Б, опускают бумагу конго, содержимое колбы нагревают до 50°C, прибавляют по каплям раствор аммиака до покраснения бумаги, затем прибавляют 20 мл ацетатного буферного раствора, 10 мл раствора солянокислого гидроксилamina, кипятят в течение 1—2 мин и добавляют 10 капель индикатора ксиленолового оранжевого. Затем сразу же титруют раствором сернокислого цинка до перехода окраски раствора из желтой в фиолетово-красную.

3.2. Определение содержания окиси алюминия в кислотонерастворимом остатке — по ГОСТ 23673.7—79.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси алюминия, растворимой в кислоте (X) в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,001275 \cdot V_2 \cdot 100}{V_3 \cdot m} - 0,64 \cdot X_1,$$

где V — объем раствора трилона Б, приливаемый к анализируемому раствору, мл;

- V_1 — объем раствора серноокислого цинка, израсходованный на титрование, мл;
0,001275 — масса окиси алюминия, соответствующая 1 мл точно 0,05 н. раствора трилона Б. г;
 V_2 — общий объем анализируемого раствора, мл;
 V_3 — объем аликвотной части анализируемого раствора, мл;
 m — масса навески доломита, г;
0,64 — коэффициент пересчета окиси железа на окись алюминия;
 X_1 — массовая доля окиси железа, определяемая по ГОСТ 23673.2 — 79, %.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать 0,1%.

**Изменение № 1 ГОСТ 23673.3—79 Доломит для стекольной промышленности.
Метод определения содержания окиси алюминия**

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.09.85
№ 3038 срок введения установлен**

с 01.04.86

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания», «content».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 5720.

(Продолжение см. с. 58)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23673.3—79

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на см³.

Вводная часть (первый абзац). пункт 3.2. Исключить слово: «содержания».

Пункт 2.1. Четвертый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79;
двенадцатый, тринадцатый абзацы. Заменить значение: 0,05 н. на 0,025 моль/дм³.

(ИУС № 12 1955 г.)

**Изменение № 2 ГОСТ 23673.3—79 Доломит для стекольной промышленности
Метод определения окиси алюминия**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета
СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 06.12.90 № 3058**

Дата введения 01.07.91

Пункт 2.1. Четвертый абзац. Заменить слова: «25 %-ный и 10 %-ный растворы» на «растворы с массовой концентрацией 25 и 10 %»;

пятый абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %»;

шестой абзац. Заменить слова: «80 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 80 %»;

(Продолжение в м. с. 32)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23673 3—79)

девятый абзац Заменить слова «0,1 % ный водный раствор» на «водный раствор с массовой долей 0 1 %»,

одиннадцатый абзац Заменить слова «по ГОСТ 989—75» на «по нормативно-технической документации»,

двенадцатый абзац Заменить слова «точно 0,05 н раствор» на «раствор концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 н)»,

тринадцатый абзац Заменить слова «0,05 н раствор» на «раствор концентрации 0,05 моль/дм³ (0,05 н)»

(ИУС № 3 1991 г)