

ДОЛОМИТ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Метод определения содержания окиси алюминия

Dolomite for glass industry.
Method for the determination
of aluminium oxide contentГОСТ
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 pH=5,2—5,8 в присутствии индикатора ксиленолового 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 подогревают). 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, приготовленный или из фиксаля или следующим образом: навеску 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 этилендиамина-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 гидроксиламина, 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

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

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

- V_1 — объем раствора сернистого 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 1985 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 см. 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.)
