УДК 666.123.35:543.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ДОЛОМИТ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Методы определения содержания окисей кальция и магния

Dolomite for glass industry. Methods for the determination of calcium oxide and magnium oxide content

ГОСТ 23673.1—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 комплексонометрические методы определения окисей кальция и магния.

Метод определения окиси кальция основан на титровании катионов кальция в щелочной среде при pH-12 трилоном Б с индикатором кислотным хром темно-синим.

Метод определения окиси магния основан на титровании суммы катионов кальция и магния в присутствии аммиачного буферного раствора при pH-10 трилоном Б с индикатором кислотным хром темно-синим.

Влияние катионов алюминия исключают добавлением триэтаноламина, а катионов железа — связыванием в сульфид железа.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77;

натрий сернистый (сульфид) по ГОСТ 2053—77, 2%-ный раствор;

натрий едкий 2 н. раствор свежеприготовленный;

gost.e-ecolog.ru

сахар-рафинад по ГОСТ 22—78, 2%-ный раствор;

спирт этиловый ректификованный (гидролизный) по ГОСТ 18300—72, высшей очистки;

бумагу конго красную;

кислотный хром темно-синий, приготовленный следующим образом: 0,15 г индикатора растворяют в 5 мл аммиачного буферного раствора, приливают 20 мл этилового спирта и перемешивают;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;

аммиак водный по ГОСТ 3760—64, 25%-ный и 10%-ный растворы;

аммиачный буферный раствор, pH-10, приготовленный следующим образом: 20 г хлористого аммония растворяют в небольшом количестве воды, приливают 100 мл концентрированного аммиака и доливают водой до объема 1 л, перемешивают;

магний сернокислый по ГОСТ 4523—77, 0,05 н. раствор (фиксанал);

триэтаноламин (для лабораторных работ), 1 М раствор, приготовленный следующим образом: 15 г триэтаноламина помещают в склянку с притертой пробкой или в мерную колбу вместимостью 1000 мл, разбавляют водой до 1000 мл и тщательно перемешивают. Полученный раствор может быть слегка желтоватым;

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. Навеску доломита массой около 0,5 г помещают в стакан вместимостью 150 мл. Материал смачивают 10—15 мл воды и осторожно, не допуская разбрызгивания, по каплям добавляют 3—4 мл соляной кислоты, прикрывают стакан часовым стеклом. Затем добавляют воды до объема 50—60 мл и кипятят, периодически разминая материал пестикообразной стеклянной палочкой, особенно отдельные крупные частицы. По окончании растворения и прекращения выделения пузырьков углекислого газа, смывают капельки раствора с часового стекла и стенок стакана водой, нерастворимый остаток фильтруют через фильтр «синяя лента», собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 мл. Фильтр с осадком промывают 8—10 раз горячей водой, собирая промывные воды в ту же мерную колбу. Затем фильтрат охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки и перемешивают.

Кроме определения содержания окислов кальция и магния, этот же раствор используют для определения содержания растворимой окиси кремния, алюминия и железа (ГОСТ 23673.4—79, ГОСТ 23673.3—79 и ГОСТ 23673.2—79). Осадок на фильтре ис-

пользуют для определения содержания нерастворимой двуокиси кремния и окисей алюминия и железа (ГОСТ 23673.7—79, ГОСТ 23673.4—79).

3.2. Определение содержания окиси кальция

3.2.1. От фильтрата, полученного по п. 3.1, бюреткой или пипеткой отбирают аликвотную часть раствора объемом 50 мл (если доломит малозагрязнен примесями) или 25 мл (если доломит имеет значительное загрязнение) и помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, доливают водой до объема около 100 мл, приливают 2 мл раствора сахара, опускают бумагу конго и нейтрализуют 2 н. раствором едкого натра до покраснения бумаги конго. Затем добавляют 2 мл раствора сульфида натрия, перемешивают и прибавляют 5 мл избытка раствора едкого натра, выдерживают раствор 1—2 мин, доливают 8—10 капель раствора кислотного хром темно-синего и титруют при непрерывном помешивании 0,05 н. раствором трилона Б до перехода малиновой окраски в неизменяющуюся синюю.

3.3. Определение содержания окиси магния

3.3.1. От фильтрата, полученного по п. 3.1, бюреткой или пипеткой отбирают аликвотную часть раствора объемом 50 мл (если доломит малозагрязнен примесями) или 25 мл (если доломит имеет значительное загрязнение) и помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, опускают бумагу конго и добавляют по каплям 10%-ного раствора аммиака до покраснения бумаги конго. Приливают 2 мл раствора сульфида натрия, 5 мл триэтаноламина и 10 мл аммиачного буферного раствора (после прибавления каждого реактива раствор перемешивают). Прибавляют 8—10 капель раствора кислотного хром темно-синего и титруют смесь кальция и магния при непрерывном помешивании 0,05 н. раствором трилона Б до перехода малиновой окраски в неизменяющуюся синюю.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}0014 \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m},$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование окиси кальция, мл;

0,0014 — титр точно 0,05 н. раствора трилона Б по окиси кальция, г/мл;

V_1 — общий объем анализируемого раствора, мл;

V_2 — объем аликвотной части раствора, мл;

m — масса навески доломита, г.

4.2. Массовую долю окиси магния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_3 - V) \cdot 0{,}001008 \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m},$$

где V_3 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы окиси кальция и магния, мл (см. п. 3.3.1);

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальция, мл (см. п. 3.2.1);

0,001008 — титр точно 0,05 н. раствора трилона Б по окиси магния, г/мл;

V_1 — общий объем анализируемого раствора, мл;

V_2 — объем аликвотной части раствора, мл;

m — масса навески доломита, г.

4.3. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений содержания окиси кальция при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать 0,30% — при массовой доле окиси кальция до 50% и 0,40% — при массовой доле окиси кальция свыше 50%.

4.4. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений содержания окиси магния при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать 0,25%.

Изменение № 1 ГОСТ 23673.1—79 Доломит для стекольной промышленности. Методы определения содержания окисей кальция и магния

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. 56)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23673.1—7

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на $см^3$.
Пункт 2.1. Четвертый абзац. Заменить значение: 2 н. на 1 моль/$дм^3$;
десятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79;
тринадцатый абзац. Заменить значение: 1 М на 1 моль/$дм^3$;
четырнадцатый абзац. Заменить значение: 0,05 н. на 0,025 моль/$дм^3$.
Пункты 3.2.1, 3.3.1, 4.1, 4.2. Заменить значение: 0,05 н. на 0,025 моль/$дм^3$.

(ИУС № 12 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 23673.1—79 Доломит для стекольной промышленности. Метод определения окисей кальция и магния

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. Третий абзац. Заменить слова: «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 2 %»;

четвертый абзац. Заменить слова: «2 н. раствор свежеприготовленный» на «раствор концентрации 2 моль/дм³ (2 н.) свежеприготовленный»;

(Продолжение см. с. 30)

(Продолжение изменения к ГОСТ 28673.1—79)

пятый абзац дополнить словами: «или сахарозу, раствор с массовой долей 2 %»;

шестой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87;

десятый абзац. Заменить слова: «25 %-ный и 10 %-ный растворы» на «растворы с массовой долей 10 и 25 %»;

двенадцатый абзац. Заменить слова: «0,05 н. раствор» на «раствор концентрации 0,025 моль/дм^3 (0,025 н.)»;

четырнадцатый абзац. Заменить слова: «0,05 н. раствор» на «раствор концентрации 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.)».

(ИУС № 3 1991 г.)

gost.e-ecolog.ru