МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ 23673.3— 2020**

# ДОЛОМИТ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

## Методы определения оксида алюминия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

## 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 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 марта 2020 г. № 128-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 |
|---|---|---|
| Армения | AM | Минэкономики Республики Армения |
| 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 18 июня 2020 г. № 267-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 23673.3—2020 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2021 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 23673.3—79

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*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»*

© Стандартинформ, оформление, 2020

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 Общие требования . . . . . 2
4 Определение оксида алюминия объемным комплексонометрическим методом . . . . . 2
5 Определение оксида алюминия рентгеноспектральным флуоресцентным методом . . . . . 4
6 Оформление результатов анализов . . . . . 5

**МКС 81.040.10**

**Поправка к ГОСТ 23673.3—2020 Доломит для стекольной промышленности. Методы определения оксида алюминия**

| В каком месте | Напечатано | Должно быть | | |
|---|---|---|---|---|
| Предисловие. Таблица согласования | — | Казахстан | KZ | Госстандарт Республики Казахстан |

(ИУС № 8 2020 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й  С Т А Н Д А Р Т

# ДОЛОМИТ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

## Методы определения оксида алюминия

Dolomite for glass industry. Methods for determination of aluminium oxide

**Дата введения — 2021—03—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на доломит и известняк, предназначенные для стекольной промышленности, и устанавливает методы количественного определения оксида алюминия:

- комплексонометрический метод определения оксида алюминия, растворимого в соляной кислоте;
- рентгеноспектральный флуоресцентный метод анализа.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 3117 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4174 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

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

ГОСТ 5456 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10398 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения основного вещества

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 23673.0 Доломит для стекольной промышленности. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 23673.2 Доломит для стекольной промышленности. Методы определения оксида железа

ГОСТ 23673.7 Доломит для стекольной промышленности. Метод определения кислотонерастворимого остатка

**Издание официальное**

ГОСТ 23932 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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 (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемых в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ 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 документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам определения массовой доли оксида алюминия — по ГОСТ 23673.0.

3.2 Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не ниже установленных, а также реактивов и лабораторной посуды по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

## 4 Определение оксида алюминия объемным комплексонометрическим методом

### 4.1 Сущность метода

4.1.1 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 сернокислого цинка.

### 4.2 Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы

4.2.1 Для проведения анализа применяют:

- баню водяную, обеспечивающую температуру воды до 100 °С;
- баню песчаную, обеспечивающую температуру до 300 °С;
- бюретки по ГОСТ 29251;
- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1;
- колбы 1(2)-100(250, 500, 1000)-2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2-250 ТХС, Кн-2-500 ТХС, Кн-2-750 ТХС и Кн-2-1000 ТХС по ГОСТ 23932, ГОСТ 25336;
- набор гирь по ГОСТ OIML R 111-1;
- стаканы В (Н)-100(1000) ТХС по ГОСТ 25336;
- электроплитку по ГОСТ 14919;
- аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 % и 10 %;
- аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 10 %;
- кислоту серную по ГОСТ 4204;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;

- кислоту уксусную по ГОСТ 61, раствор с массовой долей 80 %;
- соль динатриевую этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (ди-Na-ЭДТА) (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации $c$ (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм$^3$;
- цинк металлический гранулированный по нормативному документу;
- цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, раствор молярной концентрации $c$ ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,05 моль/дм$^3$.

#### 4.2.2 Индикаторы

4.2.2.1 Для проведения анализа применяют:
- бумагу индикаторную универсальную для определения pH;
- бумагу индикаторную конго;
- ксиленоловый оранжевый, водный раствор с массовой долей 0,1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1. Хранят в герметично закрытой банке из темного стекла.

#### 4.2.3 Буферный раствор

4.2.3.1 Приготовление буферного раствора с pH = (5,5 ± 0,3)

Ацетатный буферный раствор с pH = (5,5 ± 0,3) готовят следующим образом: 100 г уксуснокислого аммония, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 300—400 см$^3$ воды (для лучшего растворения раствор подогревают). Раствор отфильтровывают, добавляют 10 см$^3$ уксусной кислоты, перемешивают и доводят объем раствора водой до 1000 см$^3$. pH буферных растворов проверяют на pH-метре и при необходимости добавляют кислоты аммиака или щелочи.

### 4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Раствор сернокислого цинка молярной концентрации $c$ ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,05 моль/дм$^3$, готовят из фиксанала или следующим образом: навеску гранулированного металлического цинка массой 1,6345 г цинка, измельченного в стружку, помещают в стакан вместимостью от 300 до 400 см$^3$, приливают от 150 до 200 см$^3$ воды, добавляют от 2,0 до 2,5 см$^3$ 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 см$^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор годен в течение 30 сут.

### 4.4 Проведение анализа

4.4.1 От фильтрата, полученного по ГОСТ 23673.1—2019 (пункт 4.4.1), в коническую колбу вместимостью 250 см$^3$ с помощью бюретки отбирают аликвотную часть объемом 50 или 100 см$^3$ (в зависимости от предполагаемого содержания оксида алюминия), приливают 15 см$^3$ раствора трилона Б, опускают бумагу конго, содержимое колбы нагревают до 50 °С, прибавляют по каплям раствор аммиака до покраснения бумаги, затем прибавляют 20 см$^3$ ацетатного буферного раствора, 10 см$^3$ раствора с массовой долей 10 % солянокислого гидроксиламина, кипятят от 1 до 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.

4.4.2 Определение содержания оксида алюминия в кислотонерастворимом остатке — по ГОСТ 23673.7.

### 4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую долю оксида алюминия $X$, растворимого в кислоте, в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,001275 \cdot V_2 \cdot 100}{V_3 \cdot m} - 0,64X_1, \quad (1)$$

где $V$ — объем раствора трилона Б молярной концентрации $c$ (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм$^3$, приливаемый к анализируемому раствору, см$^3$;

$V_1$ — объем раствора сернокислого цинка молярной концентрации $c$ ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,05 моль/ дм$^3$, израсходованный на титрование, см$^3$;

0,001275 — масса оксида алюминия, соответствующая 1 см$^3$ раствора трилона Б молярной концентрации $c$ (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм$^3$, г;

$V_2$ — общий объем анализируемого раствора, см$^3$;

$V_3$ — объем аликвотной части анализируемого раствора, см$^3$;

$m$ — масса навески доломита, г;

0,64 — коэффициент пересчета оксида железа на оксид алюминия;

$X_1$ — массовая доля оксида железа, определяемая по ГОСТ 23673.2.

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

## 5 Определение оксида алюминия рентгеноспектральным флуоресцентным методом

### 5.1 Сущность метода

Сущность метода состоит в использовании зависимости между интенсивностью вторичного флуоресцентного излучения элементов, содержащихся в доломите, и концентрацией входящего в его состав оксида алюминия.

### 5.2 Средства измерений, оборудование, реактивы

5.2.1 Для проведения анализа применяют:

- рентгенофлуоресцентные спектрометры; обеспечивающие точность анализа не ниже установленных в 4.5.2.

Допускается применение другой аппаратуры, оборудования и материалов, обеспечивающих точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

### 5.3 Подготовка пробы для измерений (анализа)

5.3.1 Подготовку пробы для анализа проводят в соответствии с методикой пробоподготовки, утвержденной в установленном порядке.

5.3.2 Для проведения анализа готовят два образца-излучателя (таблетки).

### 5.4 Проведение измерений

5.4.1 Подготовку измерительной аппаратуры к работе проводят в соответствии с инструкцией по ее эксплуатации.

5.4.2 Измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра и методикой выполнения измерений, утвержденной в установленном порядке.

### 5.5 Обработка результатов измерений

5.5.1 Обработку и оценку результатов измерений проводят в соответствии с методикой выполнения измерений, утвержденной в установленном порядке.

5.5.2 Результаты измерений признают правильными, если абсолютное расхождение двух результатов параллельных измерений не превышает 0,02 %.

5.5.3 Если абсолютное расхождение между двумя результатами параллельных измерений превысит значение 0,03 %, то проводят третье измерение на третьем образце-излучателе (таблетке). Если максимальное расхождение между тремя результатами измерений не превысит значение 0,03 % (критический диапазон для трех параллельных измерений для доверительной вероятности $P$ = 0,95), в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение трех результатов параллельных измерений.

Если максимальное расхождение между тремя результатами параллельных измерений превысит 0,03 %, анализ повторяют на свежеприготовленных таблетках. Если при повторном анализе абсолютное расхождение между двумя результатами параллельных измерений превысит 0,03 %, анализ данной пробы прекращают до установления и устранения причин, вызвавших повышенное рассеяние результатов.

5.5.4 Погрешность ($\Delta$) определения массовой доли оксида алюминия составляет 0,1 %.

## 6 Оформление результатов анализов

6.1 Результаты анализов, в том числе промежуточные, записывают в журнал. При необходимости результаты анализов оформляют протоколом, который оформляют по ГОСТ 23673.0.

УДК 666.123.35:546.621-31.06:006.354 МКС 81.040.10

Ключевые слова: доломит, оксид алюминия, обработка результатов

**БЗ 3—2020/36**

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 19.06.2020. Подписано в печать 08.07.2020. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10.
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.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru