МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
23673.1—
2020**

ДОЛОМИТ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Методы определения оксидов кальция и магния

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. № 265-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 23673.1—2020 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2021 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 23673.1—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 оксидов кальция и магния объемным комплексонометрическим методом 2
5 Определение оксидов кальция и магния рентгеноспектральным флуоресцентным методом 5
6 Оформление результатов анализов 6

МКС 81.040.10

Поправка к ГОСТ 23673.1—2020 Доломит для стекольной промышленности. Методы определения оксидов кальция и магния

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 оксидов кальция и магния

Dolomite for glass industry. Methods for determination of calcium and magnium 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 оксидов кальция и магния:

- комплексонометрический метод определения оксидов кальция и магния;
- рентгеноспектральный флуоресцентный метод анализа.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2053 Реактивы. Натрий сернистый 9-водный. Технические условия

ГОСТ 2263[1)] Натр едкий технический. Технические условия

ГОСТ 3117 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4523 Реактивы. Магний сернокислый 7-водный. 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—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18300[2)] Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

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

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55064—2012 «Натр едкий технический. Технические условия».

[2)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

Издание официальное

ГОСТ 23673.2 Доломит для стекольной промышленности. Методы определения оксида железа

ГОСТ 23673.3 Доломит для стекольной промышленности. Методы определения оксида алюминия

ГОСТ 23673.4 Доломит для стекольной промышленности. Методы определения диоксида кремния

ГОСТ 23673.7 Доломит для стекольной промышленности. Метод определения кислотонерастворимого остатка

ГОСТ 23932 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

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

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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

ГОСТ 33222 Сахар белый. Технические условия

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 оксидов кальция и магния — 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 оксидов кальция и магния объемным комплексонометрическим методом

4.1 Сущность методов

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

4.1.2 Метод определения оксида 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.

4.2 Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы

4.2.1 Для проведения анализа применяют:

- 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;
- ложку фарфоровую по ГОСТ 9147;
- набор гирь по ГОСТ OIML R 111-1;
- пипетки по ГОСТ 29227;
- 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 хлористый по ГОСТ 3773,
- аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- магний сернокислый 7-водный по ГОСТ 4523, раствор молярной концентрации *с* ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,025 моль/дм^3;
- натр едкий по ГОСТ 2263 свежеприготовленный, раствор молярной концентрации *с* (NaOH) = 2 моль/дм^3;
- натрий сернистый (сульфид) по ГОСТ 2053, раствор с массовой долей 2 %;
- сахар белый по ГОСТ 33222, раствор с массовой долей 2 % или сахароза раствор с массовой долей 2 %;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300,
- соль динатриевую этилендиамин-N, N, N´, N´-тетрауксусной кислоты 2-водную (ди-Na-ЭДТА) (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации *с* (ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3;
- триэтаноламин молярной концентрации точно 1 моль/дм^3;
- бумажный фильтр (беззольный) «синяя лента».

4.2.2 Индикаторы

4.2.2.1 Для проведения анализа применяют:
- бумагу индикаторную универсальную для определения pH;
- бумагу индикаторную конго красную;
- кислотный хром темно-синий (2-(5-хлор-2-оксифения)-азо-1,8-диоксинафталин-3,6-дисульфокислоты динатриевая соль); готовят по 4.2.2.2;

4.2.2.2 Приготовление индикаторов

Кислотный хром темно-синий (2-(5-хлор-2-оксифения)-азо-1,8-диоксинафталин-3,6-дисульфокислоты динатриевая соль) готовят следующим образом: 0,15 г индикатора растворяют в 5 см^3 аммиачного буферного раствора, добавляют 20 см^3 этилового спирта и перемешивают.

4.2.3 Буферный раствор

4.2.3.1 Приготовление буферного раствора с pH 10,0

Аммиачный буферный раствор с pH 10,0 готовят следующим образом: 20 г хлористого аммония растворяют в небольшом количестве воды, к полученному раствору приливают 100 см^3 концентрированного раствора аммиака, доводят объем раствора водой до 1000 см^3 и перемешивают.

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Приготовление титрованных растворов проводят по ГОСТ 10398.

4.3.2 Раствор трилона Б молярной концентрации с (ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3 готовят следующим образом: 9,31 г трилона Б растворяют в воде и доводят объем водой до 1000 см^3. Раствор хранят в полиэтиленовых или стеклянных, парафинированных изнутри сосудах.

Допускается приготовление раствора из стандарт-титра трилона Б.

4.3.3 Раствор триэтаноламина молярной концентрации точно 1 моль/дм^3 готовят следующим образом: 15 г триэтаноламина помещают в мерную колбу вместимостью 2000 см^3, разбавляют водой до 1000 см^3 и тщательно перемешивают. Полученный раствор может быть слегка желтоватым.

4.4 Проведение анализа

4.4.1 Навеску доломита массой от 0,45 до 0,55 г помещают в стакан вместимостью 150 см^3, смачивают ее водой от 10 до 15 см^3 и осторожно, не допуская разбрызгивания, по каплям добавляют от 3 до 4 см^3 соляной кислоты, прикрывают стакан часовым стеклом. Затем добавляют воды до объема (55 ± 5) см^3 и кипятят, периодически разминая доломит фарфоровой ложкой или 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 бумажный фильтр (беззольный) «синяя лента», собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Фильтр с осадком промывают от 8 до 10 раз водой температурой не менее 75 °С, собирая промывные воды в ту же мерную колбу. Затем фильтрат охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки и перемешивают.

Кроме определения содержания оксидов кальция и магния, этот же раствор используют для определения содержания растворимых диоксидов кремния, оксидов алюминия и железа (ГОСТ 23673.4, ГОСТ 23673.3 и ГОСТ 23673.2).

Осадок на фильтре используют для определения содержания нерастворимого диоксида кремния и оксидов алюминия и железа (ГОСТ 23673.7, ГОСТ 23673.4).

4.4.2 Определение содержания оксида кальция

4.4.2.1 От фильтрата, полученного по 4.4.1, бюреткой или пипеткой отбирают аликвотную часть раствора объемом 50 см^3 (если доломит малозагрязнен примесями) или 25 см^3 (если доломит имеет значительное загрязнение) и помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до объема 100 см^3, приливают 2 см^3 раствора сахара, опускают бумагу конго и нейтрализуют раствором едкого натра молярной концентрации c (NaOH) = 2 моль/дм^3 до покраснения бумаги конго. Затем добавляют 2 см^3 раствора сульфида натрия, перемешивают и прибавляют 5 см^3 избытка раствора едкого натра, выдерживают раствор от 1 до 2 мин, доливают от 8 до 10 капель раствора кислотного хром темно-синего и титруют при непрерывном помешивании раствором трилона Б молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3 до перехода малиновой окраски в неизменяющуюся синюю.

4.4.3 Определение содержания оксида магния

4.4.3.1 От фильтрата, полученного по 4.4.1, бюреткой или пипеткой отбирают аликвотную часть раствора объемом 50 см^3 (если доломит малозагрязнен примесями) или 25 см^3 (если доломит имеет значительное загрязнение) и помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, опускают бумагу конго и добавляют по каплям раствора аммиака с массовой долей 10 % до покраснения бумаги конго. Приливают 2 см^3 раствора сульфида натрия, 5 см^3 триэтаноламина и 10 см^3 аммиачного буферного раствора (после прибавления каждого реактива раствор перемешивают). Прибавляют от 8 до 10 капель раствора кислотного хром темно-синего и титруют смесь кальция и магния при непрерывном помешивании раствором трилона Б молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3 до перехода малиновой окраски в неизменяющуюся синюю.

4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую долю оксида кальция X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,0014 \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 + m}, \quad (1)$$

где V — объем раствора трилона Б молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3, израсходованный на титрование оксида кальция, см^3;

0,0014 — титр раствора трилона Б молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3 по оксиду кальция, г/см^3;

V_1 — общий объем анализируемого раствора, см^3;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески доломита, г.

4.5.2 Массовую долю оксида магния X_1 в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_3 - V) \cdot 0,001008 \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 + m}, \quad (2)$$

где V_3 — объем раствора трилона Б молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3, израсходованный на титрование суммы оксидов кальция и магния, см^3;

V — объем раствора трилона Б молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3, израсходованный на титрование оксида кальция, см^3 (см. 4.4.2);

0,001008 — титр раствора трилона Б молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3 по оксиду кальция, г/см^3;

V_1 — общий объем анализируемого раствора, см^3;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески доломита, г.

4.5.3 Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений содержания оксида кальция при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать:

0,30 % — при массовой доле оксида кальция до 50 %;

0,40 % — при массовой доле оксида кальция свыше 50 %.

4.5.4 Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений содержания оксида магния при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать 0,25 %.

5 Определение оксидов кальция и магния рентгеноспектральным флуоресцентным методом

5.1 Сущность метода

Сущность метода состоит в использовании зависимости между интенсивностью вторичного флуоресцентного излучения элементов, содержащихся в доломите, и концентрацией входящих в его состав оксидов кальция и магния.

5.2 Средства измерений, оборудование, реактивы

5.2.1 Для проведения анализа применяют:

- рентгенофлуоресцентные спектрометры, обеспечивающие точность анализа не ниже установленных в 4.5.3, 4.5.4.

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 Обработка результатов измерений оксида кальция

Результаты измерений признают правильными, если абсолютное расхождение двух результатов параллельных измерений не превышает 0,19 %.

Если абсолютное расхождение между двумя результатами параллельных измерений превышает значение 0,19 %, то проводят третье измерение на третьем образце-излучателе (таблетке). Если максимальное расхождение между тремя результатами измерений не превышает значение 0,28 % (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 превышает 0,28 %, анализ повторяют на свежеприготовленных таблетках. Если при повторном анализе абсолют-

ное расхождение между двумя результатами параллельных измерений превышает 0,28 %, анализ данной пробы прекращают до установления и устранения причин, вызвавших повышенное рассеяние результатов.

Погрешность (Δ) определения массовой доли оксида кальция составляет 0,3 %:

5.5.3 Обработка результатов измерений оксида магния

Результаты измерений признают правильными, если абсолютное расхождение двух результатов параллельных измерений не превышает 0,11 %.

Если абсолютное расхождение между двумя результатами параллельных измерений превысит значение 0,11 %, то проводят третье измерение на третьем образце-излучателе (таблетке). Если максимальное расхождение между тремя результатами измерений не превысит значение 0,25 % (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 превышает 0,25 %, анализ повторяют на свежеприготовленных таблетках. Если при повторном анализе абсолютное расхождение между двумя результатами параллельных измерений превышает 0,25 %, анализ данной пробы прекращают до установления и устранения причин, вызвавших повышенное рассеяние результатов.

Погрешность (Δ) определения массовой доли оксида магния составляет 0,25 %.

6 Оформление результатов анализов

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

УДК 666.123.35:543.06:006.354 МКС 81.040.10

Ключевые слова: доломит, оксид кальция, оксид магния, обработка результатов

БЗ 3—2020/38

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 19.06.2020. Подписано в печать 09.07.2020. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.
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