Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕ

## Метод определения оксидов кальция и магния

**ГОСТ 20300.7—90**

Baddeleyite-corundum refractoriest.
Method for determination of calcium oxide and magnesium oxide

МКС 81.080
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический метод определения оксидов кальция и магния (при массовой доле оксида кальция и магния до 0,5 %) в огнеупорных бадделеито-корундовых изделиях.

Метод основан на титровании трилоном Б ионов кальция при pH 12 и суммы ионов кальция и ионов магния при pH 9—10 с индикатором флуорексоном или кислотным хромтемно-синим.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20300.1.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Чашка платиновая по ГОСТ 6563.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484, раствор с массовой долей 40 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 2 М раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовыми долями 10 и 25 %.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Метиловый красный, спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962*.

Калия гидроокись по нормативно-технической документации, 5 М раствор.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 10 %.

Хлоридно-аммиачно-щелочной буферный раствор с pH 11—11,5: 20 г хлористого аммония растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды, добавляют 14 г гидроокиси калия, 400 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 25 % и разбавляют дистиллированной водой до 1 $дм^3$.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Эриохром черный Т. Сухая индикаторная смесь с хлористым калием (1:100).

Малахитовый зеленый, индикатор, спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %.

Флуорексон по нормативно-технической документации.

Тимолфталеин по нормативно-технической документации.

Индикаторная смесь флуорексона с тимолфталеином: 0,2 г флуорексона смешивают с 0,165 г тимолфталеина и 20 г хлористого калия.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 2 %, к которому добавляют аммиак до слабощелочной реакции по метилроту.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена



gost.e-ecolog.ru

Уротропин фармакопейный, растворы с массовыми долями 0,5 и 25 %.

Сахар-рафинад по ГОСТ 22, раствор с массовой долей 2 % или сахароза.

Натрий гидрат окиси (натрий едкий) по ГОСТ 4328, 2 М раствор.

Аммиачный буферный раствор с pH 10: навеску хлористого аммония массой 54 г растворяют в небольшом количестве воды, добавляют 350 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 25 % и разбавляют водой до 1 $дм^3$.

Трилон Б, 0,025 М раствор, готовят и устанавливают коэффициент молярности, как указано в ГОСТ 20300.6, разд. 2.

Бумага конго.

Кислотный хромтемно-синий индикаторный раствор: навеску индикатора массой 0,15 г растворяют в 5 $см^3$ буферного раствора и добавляют 20 $см^3$ этилового спирта.

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску пробы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой и смешивают с 2,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты и 7—10 $см^3$ раствора фтористоводородной кислоты. Смесь выпаривают на воздушной бане, нагревая ее до выделения паров серной кислоты. Когда содержимое чашки превратится в сиропообразную массу и будет застывать после снятия с бани, нагревание прекращают. Затем в чашку, до половины ее, наливают горячую воду, добавляют 3 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и, перемешивая стеклянной палочкой, при осторожном нагревании на электрической плитке, частично растворяют осадок от разложения огнеупора. Раствор с остатком переносят в стакан и ополаскивают чашку несколько раз горячей водой. Затем в стакан добавляют воду до 50—75 $см^3$ и 3—5 капель концентрированной азотной кислоты. Раствор кипятят 2—3 мин, чтобы все сернокислые соли кальция и магния полностью растворились.

Раствор в стакане нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % по бумаге «конго» до начала ее побурения (pH 2—2,5), затем для осаждения гидроксидов прибавляют 30 $см^3$ раствора уротропина с массовой долей 25 %. Раствор нагревают до 90 °С (кипятить нельзя!) и для полной коагуляции осадка гидроксидов ставят на водяную баню или в теплое место (40—60 °С) на 15—20 мин. Осадок отфильтровывают через фильтр с белой лентой, промывают 10—12 раз теплым раствором уротропина с массовой долей 0,5 % и отбрасывают. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают. Из раствора отбирают две аликвотные части раствора по 100 $см^3$ каждая и помещают их в конические колбы для титрования вместимостью 250 $см^3$. В одной колбе оттитровывают оксид кальция, а в другой — сумму оксидов кальция и магния.

В первую колбу добавляют 1—2 капли индикатора малахитового зеленого, затем приливают по каплям 5 М раствора КОН до обесцвечивания раствора, после чего прибавляют в избыток 10 $см^3$. К полученному раствору добавляют 3—5 мг индикаторной смеси флуорексона с тимолфталеином и титруют из бюретки 0,025 М раствором трилона Б до резкого исчезновения зеленой флуоресценции раствора и перехода его цвета в фиолетовый. Титрование следует проводить на черном фоне. Отмечают объем трилона Б, израсходованный на титрование, в кубических сантиметрах.

Можно титровать также с индикатором кислотным хромтемно-синим. В этом случае к раствору для титрования приливают 2 $см^3$ раствора сахара, опускают бумагу «конго» и нейтрализуют раствором едкого натра до покраснения бумаги. Затем приливают еще 5 $см^3$ 2 М раствора едкого натра и через 1—2 мин прибавляют 10 капель раствора кислотного хромтемно-синего и титруют 0,025 М раствором трилона Б до перехода окраски от малиновой в неизменяющуюся синюю. Отмечают объем трилона Б, израсходованный на титрование оксида кальция, в кубических сантиметрах.

Во вторую колбу для титрования прибавляют 0,5—1 $см^3$ раствора солянокислого гидроксиламина, 5—8 $см^3$ хлоридно-аммиачно-щелочного буферного раствора и титруют из бюретки 0,025 М раствором трилона Б и с индикатором эриохромом черным Т до перехода окраски от малиновой в неизменяющуюся сине-зеленую. Можно титровать также с индикатором кислотным хромтемно-синим.

Отмечают объем трилона Б, израсходованный на титрование суммы оксидов кальция и магния в кубических сантиметрах.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где $V_1$ — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование оксида кальция, см$^3$;

$K$ — коэффициент молярности раствора трилона Б;

0,0014 — масса оксида кальция, необходимая для связывания 1 см$^3$ точно 0,025 М раствора трилона Б, г;

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

$V_2$ — объем аликвотной части раствора, см$^3$;

$m$ — масса навески огнеупора, г.

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

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

где $V_3$ — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы оксидов кальция и магния, см$^3$;

0,001008 — объем оксида магния, необходимый для связывания 1 см$^3$ точно 0,025 М раствора трилона Б, см$^3$.

4.3. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,10 %. Оценка границ случайной составляющей результата анализа составляет ± 0,05 %.

4.4. Допускается определять содержание оксида кальция обратным титрованием по ГОСТ 13997.8.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Государственной ассоциацией промышленности строительных материалов

**РАЗРАБОТЧИКИ**

**Е.В. Соболев,** канд. техн. наук; **В.Е. Голубев**, канд. техн. наук; **Р.П. Борисова**; **Е.А. Диденко**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 15.03.90 № 434

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 20300.7—74**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, раздела | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, раздела |
|---|---|---|---|
| ГОСТ 22—94 | 2 | ГОСТ 5962—67 | 2 |
| ГОСТ 3118—77 | 2 | ГОСТ 6563—75 | 2 |
| ГОСТ 3760—79 | 2 | ГОСТ 10484—78 | 2 |
| ГОСТ 3773—72 | 2 | ГОСТ 13997.8—84 | 4.4 |
| ГОСТ 4204—77 | 2 | ГОСТ 20300.1—90 | 1 |
| ГОСТ 4234—77 | 2 | ГОСТ 20300.3—90 | 2 |
| ГОСТ 4328—77 | 2 | ГОСТ 20300.6—90 | 2 |
| ГОСТ 4461—77 | 2 | ГОСТ 22867—77 | 2 |
| ГОСТ 5456—79 | 2 | | |

5. **Ограничение срока действия снято** по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ**

gost.e-ecolog.ru