МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Методы определения оксида магния

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным Техническим комитетом по стандартизации МТК 9; Украинским научно-исследовательским институтом огнеупоров (УкрНИИО)

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 11 от 23 апреля 1997 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 15 декабря 1999 г. № 513-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2642.8—97 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 2642.8—86

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2003 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2000
© ИПК Издательство стандартов, 2003

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Комплексонометрический метод определения оксида магния в огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле от 0,5 до 99 %) 2
5 Ускоренный метод прямого комплексонометрического определения оксида магния в высокомагнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле от 10 до 98 %) 4
6 Комплексонометрический метод определения оксида магния в высокомагнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле от 50 до 99 %) 6
7 Атомно-абсорбционный метод определения оксида магния в огнеупорном сырье, кремнеземистых, алюмосиликатных и глиноземистых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле от 0,1 до 10 %) 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Методы определения оксида магния

Refractories and refractory raw materials.
Methods for determination of magnesium oxide

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземоизвестковые, высокомагнезиальные, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные, известковопериклазовые и карбидкремниевые и устанавливает методы определения оксида магния:

- комплексонометрические — при массовой доле оксида магния от 0,5 до 99 %;
- атомно-абсорбционный — при массовой доле оксида магния от 0,1 до 10 % для кремнеземистых, алюмосиликатных и глиноземистых огнеупоров.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 2642.0—86 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 2642.3—97 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида кремния (IV)
ГОСТ 2642.4—97 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида алюминия
ГОСТ 2642.7—97 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида кальция
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия
ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия
ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4236—77 Свинец (II) азотнокислый. Технические условия
ГОСТ 4523—77 Магний сернокислый 7-водный. Технические условия
ГОСТ 4526—75 Магний оксид. Технические условия
ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия
ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 24523.4—80 Периклаз электротехнический. Методы определения окиси кальция
ГОСТ 24523.5—80 Периклаз электротехнический. Метод определения окиси магния

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа и безопасности труда — по ГОСТ 2642.0.

Издание официальное

4 Комплексонометрический метод определения оксида магния в огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле от 0,5 до 99 %)

4.1 Сущность метода

Метод основан на:

- обратном комплексонометрическом титровании суммы оксидов кальция и магния с индикатором 1,2-(пиридил-азо)-2-нафтолом при pH 10 в растворе после осаждения аммиаком или уротропином суммы полуторных оксидов вместе с кремниевой кислотой. Массовую долю оксида магния вычисляют по разности суммарной массовой доли оксидов кальция, магния и оксида кальция;

- прямом комплексонометрическом титровании суммы оксидов кальция и магния раствором трилона Б с индикатором эриохромом черным или метиловым голубым.

4.2 Реактивы и растворы

Магний сернокислый по ГОСТ 4523, х. ч.

Оксид магния марки 11-2 по ГОСТ 4526, х. ч. или ос. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Триэтаноламин, разбавленный 1:1, способ очистки по ГОСТ 24523.4.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор массовой долей 0,2 %.

Стандартный раствор оксида магния молярной концентрации 0,05 моль/дм^3: 12,3245 г сернокислого магния растворяют в воде и переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3.

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида магния 0,002016 г/см^3 (C_2).

Для приготовления стандартного раствора допускается применять оксид магния, предварительно прокаленный при температуре (950±50) °С до постоянной массы.

Раствор аммиачный буферный с pH 10: 67,5 г хлористого аммония растворяют в воде, приливают 570 см^3 раствора аммиака и доводят водой до 1000 см^3.

Медь (II) сернокислая 5-водная (сульфат меди) по ГОСТ 4165, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3: 12,5 г сернокислой меди растворяют в воде, приливают 2 см^3 серной кислоты, доводят водой до 1000 см^3, перемешивают.

Индикатор 1,2-(пиридил-азо)-2-нафтол (ПАН), спиртовой раствор массовой долей 0,2 %.

Индикаторная смесь метилтимолового синего: 0,1 г индикатора тщательно растирают с 100 г хлористого калия или натрия.

Индикатор эриохром черный Т.

Индикаторная смесь: 0,1 г эриохрома черного растирают в ступке с 10 г хлористого натрия.

Остальные реактивы и растворы — по ГОСТ 2642.7.

Устанавливают соотношение объемов растворов трилона Б и сернокислой меди: отмеряют бюреткой 10 см^3 раствора трилона Б в коническую колбу вместимостью 300 см^3, прибавляют примерно 100 см^3 воды, 15—20 см^3 аммиачного буферного раствора с pH 10, 5—7 капель индикатора ПАН и титруют раствором сернокислой меди до перехода окраски из желто-зеленой в сине-фиолетовую. Для определения отношения между объемами растворов проводят не менее трех титрований и берут среднее арифметическое значение объемов раствора сернокислой меди, израсходованного на титрование.

Отношение объемов растворов трилона Б и сернокислой меди K вычисляют по формуле

$$K = \frac{V}{V_1}, \qquad (1)$$

где V — объем раствора трилона Б, взятого для установления отношения, см^3;

V_1 — объем раствора сернокислой меди, израсходованного на титрование, см^3.

4.2.1 Массовая концентрация раствора трилона Б по оксиду магния устанавливается следующим образом. В коническую колбу вместимостью 300 см^3 отбирают пипеткой 10 см^3 стандартного раствора оксида магния, приливают примерно 100 см^3 воды, 35 см^3 раствора трилона Б, 10—15 см^3

аммиачного буферного раствора с pH 10 и 5—7 капель раствора индикатора ПАН. Избыток раствора трилона Б оттитровывают раствором сернокислой меди до перехода окраски раствора из желто-зеленой в сине-фиолетовую. Для установления массовой концентрации раствора трилона Б по оксиду магния проводят не менее трех титрований.

Массовую концентрацию раствора трилона Б C, г/см^3 оксида магния, вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_2 \cdot 10}{V_2 - K V_3}, \qquad (2)$$

где C_2 — массовая концентрация стандартного раствора, г/см^3 оксида магния;

10 — объем аликвотной части стандартного раствора оксида магния, см^3;

V_2 — объем раствора трилона Б, см^3;

K — отношение между объемами растворов трилона Б и сернокислой меди;

V_3 — объем раствора сернокислой меди, израсходованного на титрование избытка раствора трилона Б, см^3.

4.3 Проведение анализа

Аликвотную часть раствора, полученного по ГОСТ 2642.7, равную 50 или 100 см^3 в зависимости от массовой доли оксида магния, или соответствующую аликвотную часть раствора, полученного по ГОСТ 2642.4, раздел 5, помещают в коническую колбу вместимостью 300 см^3, прибавляют 25—60 см^3 раствора трилона Б (в зависимости от суммарной массовой доли оксидов кальция и магния), приливают 10—15 см^3 аммиачного буферного раствора, 5—7 капель раствора индикатора ПАН и оттитровывают избыточное количество раствора трилона Б раствором сернокислой меди до перехода окраски раствора из желто-зеленой в сине-фиолетовую.

Допускается определять массовую долю суммы оксидов магния и кальция методом прямого комплексонометрического титрования с индикатором эриохромом черным Т. Для этого к аликвотной части раствора, нагретого до температуры 50—60 °С, приливают 10 см^3 раствора аммиака, добавляют 0,2 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из малиновой в синюю.

Для определения суммы оксидов кальция и магния могут быть использованы аликвотные части растворов, полученных по ГОСТ 2642.3, разделы 4, 7, 9. Для этого раствор подкисляют 1 см^3 соляной кислоты, при перемешивании приливают 20 см^3 триэтаноламина, 25 см^3 аммиака, 5 см^3 гидроксиламина солянокислого, разбавляют водой до 150 см^3, добавляют 0,1 г индикаторной смеси метилтимолового синего и титруют раствором трилона Б до исчезновения голубой окраски раствора.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю оксида магния X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \left(\frac{V_3 - K V_4}{m} - \frac{X}{C_1 \cdot 100} \right) C \cdot 100, \qquad (3)$$

где V_3 — объем раствора трилона Б, добавленного с избытком для связывания кальция и магния, см^3;

K — отношение объемов растворов трилона Б и сернокислой меди;

V_4 — объем раствора сернокислой меди, израсходованного на титрование избытка раствора трилона Б, см^3;

m — масса навески пробы, взятой для титрования, в аликвотной части, г;

X — массовая доля оксида кальция, % (определяют по ГОСТ 2642.7);

C_1 — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см^3 оксида кальция;

C — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см^3 оксида магния.

4.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида магния приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля оксида магния	Нормы точности и нормативы контроля точности			
	Δ	$d_к$	d_2	δ
От 0,1 до 0,2 включ.	0,04	0,05	0,04	0,03
Св. 0,2 » 0,5 »	0,06	0,08	0,06	0,04
» 0,5 » 1 »	0,08	0,10	0,08	0,05
» 1 » 2 »	0,09	0,12	0,10	0,06
» 2 » 5 »	0,14	0,20	0,15	0,10
» 5 » 10 »	0,20	0,25	0,20	0,15
» 10 » 20 »	0,3	0,4	0,3	0,2
» 20 » 50 »	0,5	0,6	0,5	0,3
» 50 » 99 »	0,6	0,7	0,6	0,4

5 Ускоренный метод прямого комплексонометрического определения оксида магния в высокомагнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле от 10 до 98 %)

5.1 Сущность метода

Метод основан на определении оксида магния комплексонометрическим титрованием с эриохромом черным Т в качестве индикатора.

5.2 Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:3.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор массовой долей 10 %.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:4.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор массовой долей 20 %, хранят в полиэтиленовом сосуде.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Индикатор эриохром сине-черный Р.

Индикатор эриохром черный Т.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора эриохрома сине-черного Р растирают в фарфоровой ступке с 30 г хлористого натрия.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора эриохрома черного Т растирают в фарфоровой ступке с 10 г хлористого натрия.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236.

Индикатор ксиленоловый оранжевый.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора ксиленолового оранжевого растирают в фарфоровой ступке с 10 г хлористого натрия.

Аммиачный буферный раствор с pH 10: 54 г хлористого аммония растворяют в воде, добавляют 350 $см^3$ раствора аммиака и доводят водой до 1000 $см^3$.

Индикаторная бумага Конго.

Триэтаноламин, разбавленный 1:1.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,05 и 0,0125 моль/$дм^3$.

Магний сернокислый по ГОСТ 4523, х. ч. или оксид магния по ГОСТ 4526, х. ч.

Стандартный раствор оксида магния молярной концентрации 0,05 моль/$дм^3$, готовят по 4.2.

Массовую концентрацию раствора трилона Б по оксиду магния устанавливают по стандартному раствору оксида магния.

Аликвотную часть стандартного раствора оксида магния помещают в коническую колбу вместимостью 300 $см^3$, приливают 20 $см^3$ буферного раствора и разбавляют водой до 100 $см^3$. Добавляют 0,15—0,20 г индикаторной смеси эриохрома черного Т и титруют раствором трилона Б до перехода

малиновой окраски в синюю. Для улучшения контрастности изменения цвета добавляют 2—3 $см^3$ раствора триэтаноламина (1:1).

Для определения массовой концентрации раствора трилона Б по оксиду магния проводят не менее трех титрований.

Массовую концентрацию раствора трилона Б C, г/$см^3$ по оксиду магния, вычисляют по формуле

$$C = \frac{V C_2}{V_1}, \quad (4)$$

где V — объем аликвотной части стандартного раствора оксида магния, $см^3$;

C_2 — массовая концентрация стандартного раствора, г/$см^3$ оксида магния;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, $см^3$.

Массовую концентрацию раствора трилона Б по оксиду магния допускается устанавливать по азотнокислому свинцу.

В коническую колбу вместимостью 300 $см^3$ помещают навеску массой 0,2—0,3 г свинца азотнокислого, добавляют 100 $см^3$ воды, нагретой до температуры 50—60 °С, 10 $см^3$ буферного раствора с pH 4,8—5,0, 0,2 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из малиновой в желтую. Проводят не менее трех титрований.

Массовую концентрацию раствора трилона Б C_1, г/$см^3$ оксида магния, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{m\,40{,}305}{V_2\,331{,}21}, \quad (5)$$

где m — масса навески азотнокислого свинца, г;

40,305 — молекулярная масса оксида магния, г;

V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, $см^3$;

331,21 — молекулярная масса азотнокислого свинца, г.

5.3 Проведение анализа

Навеску материала массой 0,1 г, взятую в стакан вместимостью 100 $см^3$, растворяют в 15 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1), выпаривают до объема 1,5—2 $см^3$ на электроплитке закрытого типа.

Добавляют в стакан 30 $см^3$ горячей воды, 2—3 $см^3$ раствора хлористого аммония, раствор кипятят и осторожно, по каплям, добавляют раствор аммиака, осаждают гидроксиды железа и алюминия. Полноту осаждения контролируют по бумаге Конго. Затем раствор снова кипятят и отфильтровывают осадок на фильтр «красная лента». Небольшим количеством горячей воды обмывают стакан 3—4 раза, осадок на фильтре промывают 5—6 раз.

Полученный фильтрат объемом около 100 $см^3$ подогревают до кипения, добавляют 10 $см^3$ раствора гидроксида калия, 0,2 г индикаторной смеси эриохрома сине-черного и титруют кальций раствором 0,0125 моль/$дм^3$ трилона Б до перехода окраски из малиновой в голубую.

В оттитрованный раствор добавляют раствор соляной кислоты (1:1) до полного растворения гидроксида магния (изменение цвета бумаги Конго до синего). Добавляют 10 $см^3$ аммиачного буферного раствора, 0,2 г индикаторной смеси эриохрома черного и титруют магний раствором 0,05 моль/$дм^3$ трилона Б до перехода окраски из малиновой в синюю. Для усиления контрастности изменения цвета добавляют 2—3 $см^3$ раствора триэтаноламина (1:1).

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю оксида магния X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_2 C}{m} \cdot 100, \quad (6)$$

где V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование магния, $см^3$;

C — массовая концентрация раствора трилона Б, г/$см^3$ оксида магния;

m — масса навески, г.

5.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида магния приведены в таблице 1.

6 Комплексонометрический метод определения оксида магния в высокомагнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле от 50 до 99 %)

6.1 Определение массовой доли оксида магния проводят по ГОСТ 24523.5.

6.2 Допускается применять аликвотную часть раствора, полученного по ГОСТ 2642.3, раздел 5.

6.3 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида магния приведены в таблице 1.

7 Атомно-абсорбционный метод определения оксида магния в огнеупорном сырье, кремнеземистых, алюмосиликатных и глиноземистых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле от 0,1 до 10 %)

7.1 Сущность метода

Метод основан на разложении пробы смесью фтористоводородной и серной кислот и измерении атомной абсорбции магния в пламени воздух—ацетилен при длине волны 285,2 нм.

7.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для магния.

Магния оксид по ГОСТ 4526.

Стандартный раствор оксида магния массовой концентрации оксида магния 0,001 г/см^3: 1 г оксида магния, прокаленного при температуре (950±50) °С до постоянной массы, растворяют в 40 см^3 соляной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки, перемешивают (раствор А).

Стандартный раствор оксида магния массовой концентрации оксида магния 0,000025 г/см^3: 5 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки, перемешивают (раствор Б).

Серию градуировочных стандартных растворов оксида магния готовят следующим образом. В мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0 см^3 стандартного раствора Б оксида магния, что соответствует 0,000025; 0,000050; 0,000075; 0,000100; 0,000150; 0,000200; 0,000250; 0,000300; 0,000350 и 0,000400 г оксида магния. К растворам добавляют 5 см^3 лантана, доливают до метки водой, перемешивают.

7.3 Проведение анализа

7.3.1 Подготовку исходного раствора проводят по ГОСТ 2642.7, раздел 7.

7.3.2 Аликвотная часть фильтрата в зависимости от предполагаемой массовой доли оксида магния указана в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида магния, %	Аликвотная часть раствора, см^3
От 0,1 до 0,8 включ.	10
Св. 0,8 » 1,5 »	5
» 1,5 » 10 »	2

Аликвотную часть фильтрата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 раствора лантана, доливают до метки водой, перемешивают.

Измеряют абсорбцию магния при длине волны 285,2 нм в пламени воздух—ацетилен.

7.4 Обработка результатов

7.4.1 Обработку результатов проводят по ГОСТ 2642.7, раздел 7.

7.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида магния приведены в таблице 1.

УДК 666.76:543.06:006.354 МКС 81.080 И29 ОКСТУ 1509

Ключевые слова: огнеупоры, огнеупорное сырье, метод химического анализа, оксид магния, комплексонометрический метод, атомно-абсорбционный метод

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 24.04.2003. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 120 экз. С 10434. Зак. 378.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru