УДК 622.355.3 : 543.06 : 006.354 Группа А49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МРАМОР
Метод определения содержания окиси магния и углекислого магния

Marble.
Method for the determination of magnesium oxide and magnesium carbonate

ГОСТ 23260.2—78

Взамен
ГОСТ 4416—73 в части п. 4.8;
ГОСТ 16426—70 в части п. 5.5

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 августа 1978 г. № 2312 срок действия установлен

с 01.01. 1980 г.
до 01.01. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на естественный мрамор в виде блоков, кусков, крошки, порошка и устанавливает объемный метод определения содержания магния в пересчете на окись магния и углекислый магний.

Объемный метод (при массовой доле окиси магния свыше 1,0%) основан на титровании магния раствором трилона Б с индикатором хром темно-синим при pH 10.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения содержания окиси магния и углекислого магния — по ГОСТ 23260.0—78.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—73.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, разбавленный 1 : 1.

Аммиачный буферный раствор pH 10, приготовленный следующим образом: 70 г хлористого аммония растворяют в воде, приливают 570 мл аммиака, доливают водой до объема 1000 мл и перемешивают.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Кислотный хром темно-синий.

Индикаторная смесь, приготовленная следующим образом: 0,1 г кислотного хрома темно-синего растирают с 100 г хлористого калия.

gost.e-ecolog.ru

Перепечатка воспрещена

Магний сернокислый по ГОСТ 4523—77, 0,1 н. раствор; готовят из фиксанала.

Стандартный раствор 0,05 н. сернокислого магния, приготовленный точным разбавлением 0,1 н. раствора сернокислого магния.

1 мл стандартного раствора содержит 0,001008 г окиси магния или 0,0021168 г углекислого магния.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′ N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,05 н. раствор, приготовленный следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор сохраняют в полиэтиленовом или стеклянном парафинированном изнутри сосуде.

Для установления титра раствора трилона Б отбирают 10 мл стандартного раствора сернокислого магния в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 100 мл воды, 10 мл буферного раствора, 0,1—0,15 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до изменения розовой окраски раствора в синюю.

Допускается устанавливать титр раствора трилона Б по ГОСТ 10398—71.

Титр раствора трилона Б(T) в граммах окиси магния на миллилитр раствора вычисляют по формуле

$$T = \frac{V \cdot 0{,}001008}{V_1}.$$

Титр раствора трилона Б(T_1) в граммах углекислого магния на миллилитр раствора вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{V \cdot 0{,}0021168}{V_1},$$

где V — объем стандартного раствора сернокислого магния, взятый для титрования, мл;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;

0,001008 — количество окиси магния, соответствующее 1 мл стандартного раствора сернокислого магния;

0,0021168 — количество углекислого магния, соответствующее 1 мл стандартного раствора сернокислого магния.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. От основного раствора, полученного при определении содержания углекислого кальция по ГОСТ 23260.1—78, отбирают аликвотную часть объемом 25 мл в коническую колбу вместимо-

стью 250 мл, приливают 100 мл воды, нейтрализуют раствором аммиака по бумаге конго, приливают 10 мл аммиачного буферного раствора, прибавляют 0,1—0,15 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из розовой в синюю.

3.2. Допускается определять содержание окиси магния и углекислого магния спектральным методом (см. рекомендуемое приложение).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(V-V_1)TV_2 \cdot 100}{V_3\, m}.$$

Массовую долю углекислого магния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V-V_1)T_1V_2 \cdot 100}{V_3\, m},$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы кальция и магния, мл;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальция по ГОСТ 23260.1—78, мл;

T — титр раствора трилона Б, вычисленный в граммах окиси магния, г/мл;

T_1 — титр раствора трилона Б, вычисленный в граммах углекислого магния, г/мл;

V_2 — объем исходного раствора, мл;

V_3 — объем аликвотной части раствора, мл;

m — масса навески мрамора, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при массовой доле окиси магния до 3% при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать 0,15%.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает указанное значение, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех последних параллельных определений.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

Метод спектрального анализа мрамора

Настоящий метод распространяется на мрамор в виде блоков, кусков, крошки, порошка и устанавливает спектральный метод определения содержания двуокисей кремния и титана, окисей железа, алюминия, магния и углекислого магния.

Метод основан на сжигании анализируемой пробы мрамора в пламени дуги постоянного тока, получении спектра излучения определяемого элемента, измерении почернения спектральной линии определяемого элемента на микрофотометре и количественном определении содержания окислов.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу спектрального анализа — по ГОСТ 23260.0—78.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф средней дисперсии типа ИСП-30.
Источник питания дуги постоянного тока 250 В, обеспечивающий силу тока не менее 25 А.
Микрофотометр типа МФ-2.
Спектропроектор типа ДСП-1.
Электроды угольные спектральные С-1 и С-2 диаметром 6 мм и длиной 40 мм.
Станок для заточки электродов типа СЭЭ-1.
Пластинки фотографические негативные чувствительностью 15 ед. типа II.
Ступка халцедоновая.
Ослабитель платиновый трехступенчатый.
Проявитель метолгидрохиноновый УП-2.
Фиксаж кислый ЕЖФ-2.
Графит, порошок, ос. ч.
Калий сернокислый по ГОСТ 4145—74, ч.
Сера, ос. ч.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.
Германия двуокись.
Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73, ос. ч.
Алюминия окись, х.ч.
Железа окись по ГОСТ 4173—77, ос. ч.
Магния окись по ГОСТ 4526—75, ос. ч.
Титана окись, ос. ч.
Кальций углекислый, ч.д.а.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Для приготовления эталонов окислы прокаливают при температуре 1000°С.

3.2. Буферную смесь готовят перемешиванием в ступке 69,9% графита, 26% сернокислого калия, 4% серы при добавлении этилового спирта из расчета твердого к жидкому по массе 1 : 2.

3.3. Электроды для анализа готовят следующим образом: верхний электрод (катод) затачивают на усеченный конус под углом 30°, длина заточенной части 8 мм. В нижнем электроде (аноде) высверливают кратер диаметром 2,4 мм, глубиной 2,8 мм и толщиной стенок 0,7 мм.

3.4. Спектральный эталон (основной) готовят перемешиванием в ступке окислов определяемых элементов с основой (углекислым кальцием) в течение 4 ч при добавлении этилового спирта из расчета твердого к жидкому по массе 1 : 2. Основной эталон должен содержать предполагаемые максимальные концентрации элементов, входящих в состав пробы мрамора: двуокиси кремния — 10%, окиси железа — 10%; окиси алюминия — 10%; окиси магния — 10%; двуокиси титана — 1%.

1-й эталон готовят разбавлением основного эталона углекислым кальцием в 10 раз. Массовые доли окислов определяемых элементов соответственно будут: двуокиси кремния — 1%; окиси железа — 1%; окиси алюминия — 1%; окиси магния — 1%; двуокиси титана — 0,1%.

2-й эталон готовят разбавлением 1-го эталона углекислым кальцием в 1,5 раза, при этом массовые доли соответственно будут: двуокиси кремния — 0,666%; окиси железа — 0,666%; окиси алюминия — 0,666%; окиси магния — 0,666%; двуокиси титана — 0,0666%.

3, 4, 5, 6, 7, 8 и 9-й эталоны готовят разбавлением углекислым кальцием предыдущего в 1,5 раза. Приготовленные эталоны разбавляют буферной смесью 1 : 2 по массе.

Правильность приготовления эталонов контролируют спектральным методом добавок и химическим методом.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. К навеске пробы мрамора массой 0,5 г прибавляют буферную смесь 1 : 2 и перемешивают в халцедоновой ступке в течение 10 мин. Затем полученную смесь массой 15 мг помещают в канал графитового электрода (анода) и сжигают в дуге постоянного тока при силе тока разряда 10 А.

Время экспонирования 30 с. Система освещения входной щели спектрографа — стандартная трехконденсаторная. Ширина щели 0,015 мм. Расстояние между электродами должно быть постоянным в течение всего времени экспонирования и равно 3 мм.

Спектры каждой пробы и каждого эталона фотографируют по три раза на одну и ту же фотопластинку.

Фотопластинку проявляют и закрепляют растворами согласно прилагаемой к растворам инструкции. Затем фотопластинку промывают проточной водой, ополаскивают дистиллированной водой и высушивают. С помощью микрофотометра измеряют почернение аналитической линии определяемого элемента и линии сравнения (линии германия).

Аналитические пары линий и интервалы массовых долей определяемых примесей приведены в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля определяемой примеси, %	Аналитические линии	
	Элемент	Длина волны, А°
0,0005—0,01	Кремний	2516,11
	Германий	2592,54
0,001—0,1	Кремний	2528,51
	Германий	2592,54

Продолжение табл. 1

Массовая доля определяемой примеси, %	Аналитические линии	
	Элемент	Длина волны, А°
0,01—5,0	Кремний Германий	2519,21 2592,54
0,005—0,01	Железо Германий	2599,0 2592,54
0,001—0,1	Железо Германий	2967,0 3039,0
0,01—5,0	Железо Германий	3016,0 3039,0
	Алюминий Германий	3082,0 3039,0
	Алюминий Германий	2575,0 2592,0
	Алюминий Германий	2567,0 2592,54
0,0005—0,01	Магний Германий	2852,0 2709,0
0,001—0,1	Магний Германий	2779,0 2709,0
0,01—5,0	Магний Германий	2790,0 2709,0
0,001—0,1	Титан Германий	3088,0 3039,0
0,01—5,0	Титан Германий	2956,0 3039,0

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Разность почернений аналитических линий и линий сравнений (ΔS) в спектрах эталонов и проб вычисляют по формуле

$$\Delta S = S_{ан} - S_{ср},$$

где $S_{ан}$ — почернение аналитической линии;

$S_{ср}$ — почернение линии сравнения.

5.2. По полученным разностям почернений эталонов строят градуировочный график в координатах ΔS, $\lg C$, где C — массовая доля определяемого элемента в эталонах.

По разностям почернений тех же линий в спектре анализируемой пробы по градуировочному графику находят $\lg C$ и вычисляют содержание элементов в пробе.

5.3. Массовую долю углекислого магния (X_1) вычисляют по формуле

$$X_1 = X \cdot 2,1,$$

где X — массовая доля окиси магния, найденная по градуировочному графику, %;

2,1 — коэффициент пересчета массовой доли окиси магния на углекислый магний.

5.4. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Определяемые окислы	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение, %
Двуокись кремния	До 0,1	0,03
	Св. 0,1 до 1,0	0,08
	„ 1,0 „ 10,0	0,2
Окись магния	До 0,1	0,03
	Св. 0,1 до 1,0	0,08
	„ 1,0 „ 10,0	0,2
Окись железа	До 0,1	0,03
	Св. 0,1 до 1,0	0,08
	„ 1,0 „ 10,0	0,2
Двуокись титана	До 0,1	0,05
	Св. 0,1 до 1,0	0,08
	„ 1,0 „ 10,0	0,2
Окись алюминия	До 0,1	0,03
	Св. 0,1 до 1,0	0,08
	„ 1,0 „ 10,0	0,2

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенную величину, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух последних параллельных определений.

gost.e-ecolog.ru