УДК 669.15'782.9:543.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СИЛИКОКАЛЬЦИЙ

Метод определения кальция

Silicocalcium.
Method for the determination of calcium

ГОСТ
14858.6—91

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический метод определения кальция при его массовой доле от 8 до 40%.

Метод основан на растворении пробы в кислотах, отделении железа и алюминия при помощи уротропина и титровании кальция раствором трилона Б в присутствии флуорексона и тимолфталеина при pH более 12.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 25207.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 1:1, 1:3, 1:100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота хлорная ρ 1,5 г/см^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор 200 г/дм^3; раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Уротропин, раствор 250 г/дм^3.

Флуорексон, индикатор.

Тимолфталеин, индикатор.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Смесь индикаторов: 1 весовую часть флуорексона, 1 весовую часть тимолфталеина и 100 весовых частей хлорида калия растирают в ступке и тщательно перемешивают.

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, высушенный перед применением в течение 1 ч при температуре (105±5) °С и охлажденный в эксикаторе.

Стандартный раствор кальция: 2,4973 г карбоната кальция помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 30 см³ воды и по каплям раствор соляной кислоты 1:1 до полного растворения соли. Раствор разбавляют водой до 100 см³, нагревают и кипятят в течение 3—4 мин, затем охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки свежепрокипяченной и охлажденной водой и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,001 г кальция.

Массовую концентрацию стандартного раствора кальция устанавливают гравиметрическим методом.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор: 18,6 г трилона Б растворяют в 300 см³ воды, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки, перемешивают и хранят в полиэтиленовом сосуде.

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают следующим образом: отбирают 50,0 см³ стандартного раствора кальция в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 50 см³ воды, 20 см³ раствора гидроксида калия и около 0,1 г смеси индикаторов. Раствор титруют раствором трилона Б до исчезновения зеленой флуоресценции.

Массовую концентрацию трилона Б (c), выраженную в г/см³ кальция, вычисляют по формуле

$$c = \frac{m_1}{V - V_1},$$

где m_1 — масса кальция, содержащаяся в 50 см³ стандартного раствора, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование стандартного раствора кальция, см³;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску пробы массой 0,25 г помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, добавляют 10 см³ азотной кислоты, перемешивают и осторожно по каплям добавляют 10 см³ фтористоводородной кислоты, затем после окончания бурной реакции приливают 10 см³ хлорной кислоты, нагревают и выпаривают раствор до выделения густых паров хлорной кислоты. После охлаждения чашки обмывают ее стенки водой, добавляют 10 см³ хлорной кислоты и выпаривают досуха. Затем добавляют 10 см³

соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Остаток охлаждают, растворяют в 10 см³ соляной кислоты и 50 см³ воды и раствор умеренно нагревают. При наличии нерастворимого остатка раствор фильтруют через фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, и промывают его 10—15 раз горячим раствором соляной кислоты 1:100. Раствор пробы и промывные растворы собирают в стакан вместимостью 400—500 см³ (раствор А).

Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 700—800 °С. Остаток в тигле сплавляют с 2 г карбоната натрия при температуре 1000 °С.

Тигель охлаждают, плав выщелачивают 30—40 см³ раствора соляной кислоты 1:3 и полученный раствор присоединяют к раствору А. Общий объем раствора должен быть около 200 см³.

Полученный раствор нагревают до температуры 50 °С и добавляют осторожно раствор аммиака до появления небольшого осадка гидроксидов. Осадок растворяют, добавляя по каплям раствор соляной кислоты (1:1) без избытка, затем приливают 20 см³ раствора уротропина, нагревают и оставляют на 10—15 мин при температуре 80—90 °С. Раствор охлаждают и вместе с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата. Из полученного фильтрата отбирают 200 см³ в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 40 см³ раствора гидроксида калия, 0,1 г смеси индикаторов и титруют раствором трилона Б до исчезновения зеленой флуоресценции.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(V_2 - V_3) \cdot c \cdot 100}{m},$$

где V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование раствора пробы, см³;

V_3 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

c — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см³ кальция;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора пробы, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли кальция приведены в таблице.

Массовая доля кальция, %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 8 до 10 включ.	0,2	0,3	0,2	0,3	0,1
Св. 10 » 20 »	0,3	0,4	0,3	0,4	0,2
» 20 » 40 »	0,4	0,5	0,4	0,5	0,3

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, Л. М. Клейнер, В. П. Глухова, С. И. Ахманаев, Г. И. Гусева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 02.10.91 № 1578

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14858.6—81

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 83—79	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4234—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4530—76	2
ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 24363—80	2
ГОСТ 25207—85	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1

gost.e-ecolog.ru