Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ

## Методы определения окиси кальция

ГОСТ 24523.4—80

Electrotechnical periclase. Methods for the determination of calcium oxide

МКС 81.080

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт распространяется на электротехнический периклаз и устанавливает комплексонометрический и атомно-абсорбционный методы определения массовых долей окиси кальция в диапазоне от 0,2 до 3,0 %.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 24523.0.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1а. Сущность метода заключается в образовании комплекса кальция с трилоном Б и титровании избытка трилона Б раствором хлористого кальция при pH 12,5—12,8 в присутствии смеси индикаторов — флуорексона и тимолфталексона или кислотного хрома сине-черного. Алюминий и железо предварительно маскируют триэтаноламином.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

2.1. Для проведения анализа используют:

ступки и пестики фарфоровые № 5 или 7 по ГОСТ 9147;

шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева 105—110 °С;

плитку электрическую с закрытой спиралью;

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева 1000 °С;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:3 и 1:20;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;

триэтаноламин (2,2′, 2″-нитрилотриэтанол) по нормативно-технической документации, разбавленный 1:3. Неочищенный триэтаноламин, имеющий бурую окраску, очищают следующим образом: 100 см$^3$ триэтаноламина помещают в стакан вместимостью 500 см$^3$, охлаждают стакан в холодной воде и добавляют при помешивании 150 см$^3$ смеси концентрированной соляной кислоты с этиловым спиртом в соотношении 1:1. Выделившиеся кристаллы солянокислого триэтаноламина отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 2—3 раза спиртом и высушивают на воздухе. Применяют 25 %-ный раствор солянокислого триэтаноламина;

соль динатриевую этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации эквивалента 0,05 моль/дм$^3$; готовят следующим образом: 9,31 г трилона Б растворяют в 200 см$^3$ воды, разбавляют водой до объема 1000 см$^3$ и перемешивают;

гидроокись натрия по ГОСТ 4328, 20%-ный раствор;

калий хлористый по ГОСТ 4234;

флуорексон по нормативно-технической документации;

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена



gost.e-ecolog.ru

тимолфталексон по нормативно-технической документации;

смесь индикаторную; готовят следующим образом: 0,1 г флуорексона, 0,1 г тимолфталексона и 10 г хлористого калия перемешивают в фарфоровой ступке;

хром сине-черный кислотный по нормативно-технической документации;

смесь индикаторную; готовят следующим образом: 0,1 г кислотного хрома сине-черного и 30 г хлористого калия перемешивают в фарфоровой ступке;

кальций углекислый по ГОСТ 4530;

раствор хлористого кальция стандартный, молярной концентрации эквивалента 0,05 моль/дм$^3$; готовят следующим образом: 2,502 г углекислого кальция, предварительно высушенного при 105—110 °С до постоянной массы, растворяют при нагревании в 150 см$^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:20, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доливают водой до метки и перемешивают. Концентрация раствора, вычисленного по окиси кальция, 0,001402 г/см$^3$;

магния окись по ГОСТ 4526, 2%-ный раствор; готовят следующим образом: 2 г окиси магния, предварительно прокаленной при 800—1000 °С в течение часа, растворяют при нагревании в 50 см$^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:3, охлаждают, доливают водой до 100 см$^3$ и перемешивают.

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. От анализируемого раствора, полученного по разд. 3 ГОСТ 24523.1, отбирают аликвотную часть объемом 100 см$^3$.

3.2. Допускается готовить анализируемый раствор без сплавления навески. Для этого навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см$^3$, приливают 30 см$^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:3, и нагревают в течение 6—15 мин при периодическом перемешивании до растворения навески. Допускается присутствие нерастворимого остатка. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см$^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3. От анализируемого раствора, полученного по п. 3.2, отбирают аликвотную часть объемом 100 см$^3$.

3.4. Аликвотную часть анализируемого раствора переносят в коническую колбу вместимостью 250 см$^3$, приливают 5 см$^3$ триэтаноламина, перемешивают, добавляют 10 см$^3$ раствора трилона Б и при постоянном перемешивании по каплям вводят раствор гидроокиси натрия до появления не растворяющегося при взбалтывании белого аморфного осадка. Прибавляют еще 10 см$^3$ раствора гидроокиси натрия, вводят 0,020—0,025 г индикаторной смеси флуорексона и тимолфталексона и титруют стандартным раствором хлористого кальция до изменения окраски из розовой в зеленовато-серую.

3.5. Допускается в качестве индикатора применять также кислотный хром сине-черный. Для этого в раствор, подготовленный по п. 3.4, вводят 0,05—0,10 г индикаторной смеси кислотного хрома сине-черного и титруют стандартным раствором хлористого кальция до перехода синей окраски в розовую. По истечении 2—3 мин может наблюдаться возвращение синей окраски.

3.6. В аликвотную часть раствора контрольного опыта вводят 10 см$^3$ раствора окиси магния. Далее контрольный опыт проводят по пп. 3.4 или 3.5.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси кальция ($X_4$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}001402 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_3},$$

где $V_1$ — объем раствора хлористого кальция, израсходованный на титрование трилона Б в растворе контрольного опыта, см$^3$;

$V_2$ — объем раствора хлористого кальция, израсходованный на титрование избытка трилона Б в анализируемом растворе, см$^3$;

0,001402 — концентрация раствора хлористого кальция, вычисленная по окиси кальция, г/см$^3$;

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

$m$ — масса навески, г;

$V_3$ — объем аликвотной части анализируемого раствора, см$^3$.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.2. Нормы контроля точности определения массовой доли окиси кальция приведены в табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля окиси кальция, % | Δ, % | Допускаемое расхождение, % | | |
|---|---|---|---|---|
| | | $d_2$ | $d_к$ | δ |
| От 0,2 до 0,5 включ. | 0,07 | 0,07 | 0,08 | 0,04 |
| Св. 0,5 » 1,0 » | 0,09 | 0,10 | 0,12 | 0,06 |
| » 1,0 » 2,0 » | 0,13 | 0,14 | 0,17 | 0,09 |
| » 2,0 » 3,0 » | 0,16 | 0,17 | 0,20 | 0,11 |

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

## 5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

5.1. Сущность метода заключается в измерении поглощения излучения с длиной волны 422,7 нм атомами кальция в пламени ацетилен-закись азота. В качестве спектрохимического буфера используют растворы хлористых солей стронция или лантана.

**5.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Для проведения анализа используют:

атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для кальция;

баллон с ацетиленом;

баллон с закисью азота;

кальций углекислый по ГОСТ 4530;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:3;

стронций хлористый, 6-водный по ГОСТ 4140, раствор 86 г/дм$^3$;

лантана окись по нормативно-технической документации;

раствор хлористого лантана; готовят следующим образом: 29,3 г окиси лантана помещают в стакан из термостойкого стекла, смачивают небольшим количеством воды, растворяют в 50 см$^3$ концентрированной соляной кислоты и доводят водой до объема 250 см$^3$;

растворы окиси кальция стандартные;

раствор А: 0,8925 г углекислого кальция, высушенного при температуре 105—110 °С до постоянной массы, растворяют в 40 см$^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:3, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см$^3$ раствора содержит 0,001 г окиси кальция;

раствор Б: 10 см$^3$ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 200 см$^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см$^3$ раствора содержит 0,00005 г окиси кальция.

**5.3. Проведение анализа**

5.3.1. Для определения окиси кальция используют раствор, полученный по п. 3.1 ГОСТ 24523.1 или по п. 3.2 ГОСТ 24523.5.

Таблица 2

| Предполагаемая массовая доля окиси кальция, % | Объем аликвотной части раствора, см$^3$ |
|---|---|
| От 0,2 до 1,0 | 20 |
| Св. 0,8 до 3,0 | 5 |

5.3.2. Аликвотную часть анализируемого раствора, в зависимости от массовой доли окиси кальция (табл. 2), переносят в мерную колбу вместимостью 50 см$^3$, добавляют 2 см$^3$ раствора хлористого стронция или 2,5 см$^3$ раствора хлористого лантана, доводят водой до метки и перемешивают.

5.3.3. Атомное поглощение анализируемого раствора измеряют в верхней части пламени закись азота—ацетилен при длине волны 422,7 нм.

По величине атомного поглощения анализируемого раствора устанавливают массу окиси кальция по градуировочному графику.

**5.4. Построение градуировочного графика**

5.4.1. Приготовление стандартных градуировочных растворов

В мерные колбы вместимостью 50 см$^3$ отбирают микробюреткой 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 см$^3$ раствора Б, что соответствует: 0; 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030; 0,00035; 0,00040; 0,00045 г окиси кальция.

В каждую колбу приливают 2 см$^3$ раствора хлористого стронция или 2,5 см$^3$ раствора хлористого лантана, доливают водой до метки и перемешивают.

5.4.2. Атомное поглощение стандартных градуировочных растворов дважды измеряют в верхней части пламени закись азота—ацетилен при длине волны 422,7 нм.

По полученным средним значениям атомного поглощения растворов с учетом атомного поглощения контрольного опыта и известным массам окиси кальция строят градуировочный график.

**5.5. Обработка результатов**

5.5.1. Массовую долю окиси кальция ($X_5$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1},$$

где $m_1$ — масса окиси кальция, найденная по градуировочному графику, г;

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

$m$ — масса навески, г;

$V_1$ — объем аликвотной части анализируемого раствора, см$^3$.

5.1—5.5.1. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

5.5.2. Нормы контроля точности определения массовой доли окиси кальция приведены в табл. 1.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР**

**РАЗРАБОТЧИКИ**

**В.С. Турчанинов;** канд. техн. наук **А.И. Узберг; Г.Г. Лопачак; А.С. Бородачев; Н.А. Бобылева;** канд. техн. наук **И.М. Лоскутова**

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.12.80 № 6284**

**Изменение № 2 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 11 от 25.04.97)**

**Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2507**

**За принятие изменения 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 |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикгосстандарт |
| Туркменистан | Главная государственная инспекция Туркменистана |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

**3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

**4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|---|
| ГОСТ 3118—77 | 2.1, 5.2 |
| ГОСТ 4140—74 | 5.2 |
| ГОСТ 4234—77 | 2.1 |
| ГОСТ 4328—77 | 2.1 |
| ГОСТ 4526—75 | 2.1 |
| ГОСТ 4530—76 | 2.1, 5.2 |
| ГОСТ 9147—80 | 2.1 |
| ГОСТ 10652—73 | 2.1 |
| ГОСТ 18300—87 | 2.1 |
| ГОСТ 24523.0—80 | 1.1 |
| ГОСТ 24523.1—80 | 3.1, 5.3.1 |
| ГОСТ 24523.5—80 | 5.3.1 |

**5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

**6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1988 г., сентябре 1997 г. (ИУС 1—88, 12—97)**

gost.e-ecolog.ru