ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ СБОРНИК

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

gost.e-ecolog.ru



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Издание официальное

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва — 1975

УДК 666.76(083.74)

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Огнеупоры и огнеупорные изделия» содержит стандарты, утвержденные до 1 декабря 1974 г.

В стандарты внесены все изменения, принятые до указанного срока. Около номера стандарта, в который внесено изменение, стоит знак *.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в выпускаемом ежемесячно «Информационном указателе стандартов».

© Издательство стандартов, 1975

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

Методы химического анализа корундовых, высокоглиноземистых огнеупорных материалов и изделий из них

Refractory materials and products. Methods of chemical analysis of corundum. high — alumina refrectory materials and products

ГОСТ 2642.2—71

Взамен ГОСТ 2642—60 в части разд. III

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 12/XI 1971 г. № 1864 срок введения установлен

с 1/I 1973 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на корундовые, высокоглиноземистые огнеупорные материалы и изделия из них и устанавливает методы химического анализа.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2642.0—71.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОТЕРИ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ

Определение потери при прокаливании производят, как указано в разд. 3 ГОСТ 2642.1—71.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ

3.1. Весовой метод

3.1.1. *Сущность метода*

Метод основан на разложении пробы сплавлением с пиросернокислым калием. Кремниевую кислоту обезвоживают в солянокислой среде. Массу ее находят после отгонки в виде четырехфтористого кремния.

3.1.2. *Реактивы и растворы*

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—65.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 и разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—73, 40%-ный раствор.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—63, 1%-ный раствор.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—58.

3.1.3. *Проведение анализа*

Навеску пробы 0,5 г помещают в платиновый тигель № 9 или 10, смешивают с 7—10 г пиросернокислого калия и осторожно сплавляют в муфельной печи в течение 30 мин, постепенно повышая температуру до 850—900° С.

Остывший сплав переводят горячей водой в стакан, приливают 30 мл концентрированной соляной кислоты и нагревают до полного растворения сплава.

Если на дне стакана остаются несплавленные частички пробы, что может быть в случае анализа высокоглиноземистых материалов, раствор фильтруют. Остаток на фильтре промывают 3—4 раза горячей водой, переносят с фильтром в платиновый тигель. Фильтр сжигают, а остаток смешивают с 2—3 г углекислого натрия и сплавляют.

Полученный сплав растворяют в соляной кислоте, разбавленной 1 : 1, и присоединяют к первому фильтрату.

Раствор пробы переводят в фарфоровую чашку и выпаривают на кипящей водяной бане досуха. Остаток высушивают до полного удаления соляной кислоты (по запаху). Образовавшиеся комочки осторожно растирают стеклянной палочкой с пестиком. Чашку выдерживают еще 1 ч на водяной бане, затем снимают, охлаждают, приливают 30 мл концентрированной соляной кислоты и выдерживают 10 мин, после чего приливают 80—100 мл горячей воды, перемешивают и фильтруют через фильтр «белая лента» диаметром 9 см. Осадок на фильтре промывают горячей водой до удаления ионов хлора (отсутствие реакции с 1%-ным раствором азотнокислого серебра). Фильтрат с промывными водами переводят в ту же фарфоровую чашку, ставят на водяную баню и вторично выпаривают досуха. Чашку с сухим остатком выдерживают в сушильном шкафу при 115—117° С в течение 1 ч.

После охлаждения сухой остаток в чашке смачивают 10—15 мл концентрированной соляной кислоты, выдерживают 10 мин, добавляют 40—50 мл горячей воды и отфильтровывают осадок кремниевой кислоты на другой фильтр «белая лента» диаметром 9 см. Частички осадка, прилипшие к чашке, переносят количественно на фильтр при помощи увлажненного кусочка фильтра. Осадок на фильтре промывают несколько раз горячей соляной кислотой, разбавленной 5 : 95, а затем горячей водой до полного исчезновения ионов хлора в промывной воде (отсутствие реакции с 1%-ным раствором азотнокислого серебра).

Фильтры с отмытыми осадками кремниевой кислоты помещают в прокаленный платиновый тигель, осторожно высушивают, озоляют, не допуская воспламенения фильтров, затем осадок прокаливают при 1000° С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют по 10 мин до получения постоянной массы. Прокаленный осадок смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 0,5 мл концентрированной серной кислоты и 8—10 мл 40%-ной фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля выпаривают досуха на закрытой электроплитке или на песчаной бане. Для полного удаления серной кислоты и разложения сернокислых солей тигель с остатком прокаливают при 1000—1100° С в течение 15 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Остаток в тигле сплавляют с 2—3 г пиросульфата калия. Остывший сплав растворяют в соляной кислоте, присоединяют к объединенному фильтрату, полученному после двукратного выделения кремниевой кислоты. Весь фильтрат переводят в мерную колбу вместимостью 250 мл и используют для определения содержания окисей железа, алюминия и двуокиси титана (раствор I).

3.1.4. *Подсчет результатов анализа*

3.1.4.1. Содержание двуокиси кремния (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(g - g_1) \cdot 100}{G},$$

где

g — масса тигля с осадком двуокиси кремния до обработки фтористоводородной кислотой в г;

g_1 — масса тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой в г;

G — навеска пробы в г.

3.1.4.2. Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать:

0,20 абс.% — при содержании кремния до 10%;

0,40 абс.% — при содержании кремния от 10 до 40%.

Весовой метод определения содержания двуокиси кремния является арбитражным.

3.2. Фотоколориметрический метод (при содержании кремния от 10 до 40%)

3.2.1. *Сущность метода*

Метод основан на измерении оптической плотности окраски восстановленного аскорбиновой кислотой синего кремнемолибденового комплекса.

3.2.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Применяемая аппаратура, реактивы и растворы указаны в п. 4.2.2 ГОСТ 2642.1—71.

3.2.3. *Проведение анализа*

Навеску пробы 0,1 г сплавляют в платиновом тигле с 3—5 г смеси углекислого натрия и буры в течение 10—15 мин в муфельной печи при 900—1000° С. Далее анализ проводят, как указано в п. 4.2.3 ГОСТ 2642.1—71. В качестве раствора сравнения используют раствор кремнемолибденового комплекса, полученный из 4 мл стандартного раствора двуокиси кремния в условиях проведения анализа.

Построение калибровочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 мл отбирают 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 мл стандартного раствора двуокиси кремния, если содержание двуокиси кремния в материалах не превышает 25%. Во все колбы прибавляют по 50 мл 0,25 н раствора серной кислоты, по 10 мл 5%-ного раствора молибдата аммония и оставляют на 15—20 мин. После этого прибавляют по 5 мл восстановительной смеси и через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор кремнемолибденового комплекса, полученный из 4 мл стандартного раствора двуокиси кремния в условиях проведения анализа.

Если содержание двуокиси кремния в пробе превышает 25%, то калибровочный график строят, как указано в п. 4.2.3 ГОСТ 2642.1—71.

3.2.4. *Подсчет результатов анализа*

Содержание двуокиси кремния вычисляют, как указано в п. 4.2.4 ГОСТ 2642.1—71.

3.2.5. Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать:

0,20 абс.% — при содержании кремния до 10%;

0,40 абс.% — при содержании кремния св. 10%.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СУММЫ ОКИСЕЙ ЖЕЛЕЗА, АЛЮМИНИЯ И ДВУОКИСИ ТИТАНА

Для определения содержания суммы окисей железа, алюминия и двуокиси титана берут аликвотную часть раствора I, равную 100 мл. Далее анализ проводят, как указано в разд. 5 ГОСТ 2642.1—71.

Раствор, полученный после отделения суммы полуторных окислов (раствор II), используют для определения содержания окисей кальция и магния.

Раствор, полученный после сплавления прокаленной суммы полуторных окислов (раствор III), переводят в мерную колбу вместимостью 200 мл и в дальнейшем используют для фотоколориметрического определения содержания железа и титана.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА

Для определения содержания двуокиси титана берут аликвотную часть раствора III, равную 100 мл. Далее анализ проводят, как указано в разд. 7 ГОСТ 2642.1—71.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ ЖЕЛЕЗА

Для определения содержания окиси железа берут аликвотную часть раствора III. Далее анализ проводят, как указано в разд. 6 ГОСТ 2642.1—71.

Допускаемые расхождения результатов анализа не должны превышать:

0,05 абс.% — при содержании железа до 0,5%;

0,10 абс.% — при содержании железа св. 0,5%.

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ

Содержание окиси алюминия определяют, как указано в разд. 9 ГОСТ 2642.1—71.

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ

Для определения содержания окиси кальция берут аликвотную часть раствора II. Далее анализ проводят, как указано в п. 9.2 ГОСТ 2642.1—71.

9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ МАГНИЯ

Для определения содержания окиси магния берут аликвотную часть раствора II, после отделения кальция. Далее анализ проводят, как указано в п. 10.1 ГОСТ 2642.1—71.

10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСЕЙ НАТРИЯ И КАЛИЯ

Содержание окисей натрия и калия определяют, как указано в п. 11.1 ГОСТ 2642.1—71.

11. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСЕЙ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

(метод соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 996—67)

11.1. Сущность метода

Метод основан на комплексонометрическом титровании кальция и магния после отделения полуторных окислов. Содержание окиси кальция определяют прямым титрованием с индикатором

флуорексоном при pH 12. Содержание окиси магния определяют по разности после титрования суммы окисей кальция и магния с индикатором тимолфталексоном при pH 10.

11.2. Реактивы и растворы

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

Калий углекислый по ГОСТ 4221—65.

Натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199—66.

Смесь для сплавления, состоящая из равных частей углекислого натрия, безводной буры и углекислого калия.

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

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Уротропин фармакопейный, 30 и 1%-ный растворы.

Тимолфталексон (индикатор); готовят с хлористым калием в соотношении 0,1 : 100.

Трилон Б (комплексон III, двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—73, 0,05 н раствор.

11.3. Проведение анализа

11.3.1. Навеску пробы 0,25 г помещают в платиновый тигель, смешивают с 4 г смеси для сплавления и сплавляют в течение 1 ч при 1000° С. Тигель охлаждают, переносят в стакан и выщелачивают водой при нагревании. Осадок гидроокиси железа, титана, марганца, а также основные соли кальция и магния отфильтровывают на фильтр, промывают несколько раз горячей водой и растворяют соляной кислотой. Полученный раствор нейтрализуют аммиаком до слабого помутнения, растворяют муть добавлением соляной кислоты, прибавляют 2 г хлористого аммония, нагревают почти до кипения и осаждают гидроокиси 15 мл 30%-ного раствора уротропина. Раствор отфильтровывают, собирая в мерную колбу вместимостью 250 мл. Осадок промывают несколько раз 1%-ным раствором уротропина. Фильтрат в мерной колбе охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают (раствор IV).

11.3.2. Для определения содержания окиси кальция отбирают 100 мл раствора IV, помещают в коническую колбу вместимостью 300 мл, разбавляют водой до 150 мл, вводят несколько капель индикатора малахитового зеленого и прибавляют 20%-ный раствор едкого кали до обесцвечивания раствора, затем добавляют еще 5,0—6,0 мл раствора едкого кали (pH 12,0—13,0), 0,10—0,15 г сухой индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из зелено-голубой в фиолетовую.

11.3.3. Для определения содержания окиси магния отбирают 100 мл раствора IV в коническую колбу вместимостью 300 мл, разбавляют водой до 150 мл, приливают 10—15 мл аммиачного буферного раствора, 0,10—0,15 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из голубой в бесцветную (при применении индикатора тимолфталексона).

11.4. Подсчет результатов анализа

11.4.1. Содержание окиси кальция (X_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{G},$$

где

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, в мл;

T — титр раствора трилона Б, выраженный в граммах окиси кальция;

G — навеска пробы в г.

11.4.2. Содержание окиси магния (X_2) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{(V_0 - V) \cdot T \cdot 100}{G},$$

где

V_0 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы окислов кальция и магния, в мл;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование окиси кальция, в мл;

T — титр раствора трилона Б, выраженный в граммах окиси магния;

G — навеска пробы, взятая для титрования, в г.

Замена

ГОСТ 3773—72 введен взамен ГОСТ 3772—66.
ГОСТ 10484—73 введен взамен ГОСТ 10484—63.
ГОСТ 10652—73 введен взамен ГОСТ 10652—63.

Огнеупоры и огнеупорные изделия

Редактор *С. Г. Вилькина*
Переплет художника *А. М. Поташева*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректоры *Г. М. Фролова* и *Т. А. Камнева*

Сдано в набор 29.03.74 Подп. в печ. 27.01.75
Формат издания 60×90 1/16 Бумага тип. № 3 42 п. л. 36,5 уч.-изд. л.
Тир. 40 000 (2-й завод 20 001—40 000) Изд. № 3638/02 Цена 1 р. 94 к.

Издательство стандартов. Москва, Д-22, Новопресненский пер., 3

Великолукская городская типография управления издательств, полиграфии и книжной торговли Псковского облисполкома, г. Великие Луки, Половская, 13. Зак. 505

gost.e-ecolog.ru