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 хромитовых руд и хромсодержащих огнеупорных материалов, масс и изделий из них

Refractory materials and products. Methods of chemical analysis of cromite ore and chrome — containing refractory materials, masses and products from them

ГОСТ 2642.4—71

Взамен ГОСТ 2642—60 в части разд. V

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 хромитовые руды и хромсодержащие огнеупорные материалы, массы и изделия из них и устанавливает на них 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. При этом хромитовую руду и необожженные изделия прокаливают при 850—900° С, а обожженные — при 1000° С.

Допускаемые расхождения не должны превышать 0,10 абс.% при потере до 1,0% и 0,20 абс.% при потере свыше 1,0%.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ

3.1. Фотоколориметрический метод (при содержании кремния от 0,5 до 5,0%).

3.1.1. *Сущность метода*

Метод основан на измерении величины оптической плотности окрашенного в синий цвет восстановленного кремнемолибденового комплекса. В качестве восстановителя применяется аскорбиновая кислота.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

3.1.2. *Реактивы и растворы*

Применяемые реактивы и растворы указаны в п. 3.2.2 ГОСТ 2642.3—71.

Стандартный раствор двуокиси кремния; готовят следующим образом: навеску 0,2115 г стандартного образца хромитовой руды № 132 сплавляют со смесью для сплавления при 950—1000° С в течение 20—25 мин. Сплав распределяют тонким слоем по стенкам тигля. Тигель с остывшим сплавом опускают в стакан, в который предварительно налито 60 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 3; сплав растворяют на холоду. Полученный прозрачный раствор сразу же переводят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл стандартного раствора содержит 0,000025 г двуокиси кремния.

Раствор следует хранить в полиэтиленовом сосуде.

3.1.3. *Проведение анализа*

Анализ проводят как указано в п. 3.2.3 ГОСТ 2642.3—71. Для анализа из колбы вместимостью 250 мл отбирают по 5 мл исходного раствора.

Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 мл стандартного раствора. Далее анализ проводят, как указано в п. 3.2.3 ГОСТ 2642.3—71.

3.1.4. *Подсчет результатов анализа*

Подсчет результатов анализа производят, как указано в п. 3.2.4 ГОСТ 2642.3—71.

Допускаемые расхождения результатов анализа не должны превышать 0,20 абс.% при содержании двуокиси кремния до 5,0%.

3.2. Сернокислый метод (при содержании кремния от 5 до 15%)

3.2.1. *Сущность метода*

Метод основан на весовом определении содержания двуокиси кремния после разложения пробы сплавлением с пиросернокислым калием и обезвоживания кремниевой кислоты серной кислотой.

3.2.2. *Реактивы и растворы*

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—65.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—73.

Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64, 0,1%-ный водный раствор.

3.2.3. *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, вместимостью 300 мл, охлаждают, осторожно приливают 10 мл серной кислоты и выпаривают содержимое стакана, умеренно нагревая до появления паров серного ангидрида. Через 1—2 мин с момента выделения густых белых паров стакан снимают с плитки и охлаждают до комнатной температуры на листе асбеста. Затем приливают осторожно по стенкам при перемешивании 100 мл воды и снова нагревают до растворения солей.

Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр «белая лента» диаметром 9 см и отмывают горячей водой до исчезновения кислой реакции по метиловому оранжевому. Фильтр озоляют, а осадок прокаливают в платиновом тигле при 1000° С в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют (по 10 мин) до постоянной массы.

Прокаленный осадок смачивают водой, прибавляют 3—5 капель серной кислоты, 5—7 мл фтористоводородной кислоты и отгоняют двуокись кремния в виде SiF_4.

Остаток в тигле прокаливают при 1000—1100° С в течение 10—15 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

3.2.4. *Подсчет результатов анализа*

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.

3.2.5. Допускаемые расхождения результатов анализа не должны превышать 0,30 абс.%.

3.3. Метод обезвоживания хлорной и серной кислотами (метод соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 996—67).

3.3.1. *Сущность метода*

Пробу материала разлагают в смеси хлорной и серной кислот, пробу изделия — спеканием с углекислым натрием. Хром удаляют в виде хлористого хромила. Содержание двуокиси кремния определяют весовым методом.

3.3.2. *Реактивы и растворы*

Кислота хлорная плотностью 1,77 г/см^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 и разбавленная 1 : 1 и 5 : 95,

Кислота серная по ГОСТ 4204—66.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—63, 40%-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—66.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—65.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

3.3.3. *Проведение анализа*

При анализе хромсодержащих изделий пробу 0,5 г спекают в платиновом тигле с 0,6 г углекислого натрия в течение 1 ч при 1000° С. Спек переносят в стакан вместимостью 300 мл. Тигель споласкивают водой, добавляют 15—30 мл хлорной кислоты и 5 мл концентрированной серной кислоты.

При анализе сырья пробу 0,5 г разлагают после удаления органических веществ в стакане, содержащем 15—30 мл хлорной и 3 мл серной кислот.

Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают на электрической плитке под тягой до обильного выделения паров хлорной и серной кислот. Если к концу разложения пробы начинают выделяться кристаллы хромового ангидрида, которые задерживают растворение пробы, прибавляют (после охлаждения) 2—3 мл воды и снова выпаривают до появления паров хлорной кислоты. При растворении необходимо следить, чтобы хлорная кислота полностью не улетучивалась, так как в этом случае хромат-ионы могут восстанавливаться до трехвалентного состояния и не смогут быть удалены в виде хлористого хромила. При недостатке хлорной кислоты для разложения пробы ее добавляют.

По окончании разложения пробы в горячий раствор вводят небольшими порциями примерно 2,5 г сухого хлористого натрия. Новую порцию хлористого натрия вводят только после того, как восстановившийся соляной кислотой хром снова окислится до шестивалентного.

После удаления хрома (отсутствуют красные пары хлористого хромила при добавлении к раствору хлористого натрия) раствор охлаждают, прибавляют 3—5 мл концентрированной соляной кислоты, разбавляют водой до 100 мл, приливают 10 мл этилового спирта (для восстановления оставшегося хрома), нагревают и кипятят до растворения всех солей.

Осадок двуокиси кремния отфильтровывают, промывают несколько раз раствором соляной кислоты, разбавленной 5 : 95, и затем 5—6 раз водой, нагретой до 50—60° С. Фильтр с осадком помещают во взвешенный платиновый тигель. Фильтр озоляют и осадок прокаливают при 1000—1100° С в течение 40 мин. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы.

Прокаленный осадок смачивают водой, приливают 3—4 капли концентрированной серной кислоты, 10—15 мл фтористоводородной кислоты и отгоняют кремний в виде SiF_4, на закрытой электроплитке.

Остаток в тигле нагревают до полного удаления серной кислоты и прокаливают 10—15 мин при 1000° С, после чего охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Если остаток после обработки не превышает по массе 0,006 г, то его сплавляют с пиросернокислым калием и присоединяют к фильтрату после отделения кремниевой кислоты, если остаток больше 0,006 г и содержит хром, то его переводят в сухой стакан вместимостью 100 мл, обрабатывают 10 мл хлорной кислоты и 2 мл серной кислоты. После отделения хрома в виде хлористого хромила отделяют двуокись кремния как описано выше и раствор, полученный от разложения остатка после удаления двуокиси кремния, соединяют с основным фильтратом:

3.3.4. *Подсчет результатов анализа*

3.3.4.1. Содержание двуокиси кремния (X_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(g - g_1) \cdot 100}{G},$$

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.

3.3.4.2. Допускаемые расхождения результатов анализа не должны превышать:

0,20 абс.% — при содержании двуокиси кремния до 5,0% и 0,30 абс.% — при содержании двуокиси кремния свыше 5,0%.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ ЖЕЛЕЗА

4.1. Титанометрический метод (при содержании железа от 1 до 50%)

4.1.1. *Сущность метода*

Метод основан на восстановлении роданидного комплекса железа раствором закисной соли титана (сернокислой или солянокислый).

4.1.2. *Аппаратура, реактивы и растворы.*

Применяемая аппаратура, реактивы и растворы указаны в п. 6.3.2 ГОСТ 2642.1—71.

4.1.3. *Проведение анализа*

Навеску пробы 0,5 г (при содержании окиси железа до 5,0%) и 0,2 г (при содержании окиси железа свыше 5,0%) помещают в

платиновый тигель № 9 или 10, смешивают с 7—10 г пиросернокислого калия и сплавляют в муфельной печи, постепенно повышая температуру до 800—900° С, до полного разложения пробы. Остывший сплав переносят горячей водой в коническую колбу с широким горлом вместимостью 300 мл, приливают 25—30 мл соляной кислоты и нагревают до полного растворения хромовых солей, затем охлаждают и далее анализ проводят, как указано в п. 6.3.3. ГОСТ 2642.1—71.

4.1.4. *Подсчет результатов анализа*

4.1.4.1. Подсчет результатов анализа производят, как указано в п. 6.3.4. ГОСТ 2642.1—71.

4.1.4.2. Допускаемые расхождения результатов анализа не должны превышать:

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

0,30 абс.% — при содержании окиси железа свыше 10,0%.

Титанометрический метод определения содержания окиси железа является арбитражным.

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

4.2.1. *Сущность метода*

Метод основан на титровании железа раствором трилона Б при pH 2 в присутствии сульфосалициловой кислоты в качестве индикатора. Определение содержания окиси железа производят из раствора после растворения полуторных окислов.

4.2.2. *Реактивы и растворы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67, 1 н раствор и разбавленная 1 : 3.

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

Уротропин фармакопейный, 30 и 1%-ный растворы.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, 25%-ный раствор.

Индикаторная бумага конго.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—68, 30%-ный раствор.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 25%-ный раствор.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 3761—72, 2%-ный раствор.

4.2.3. *Проведение анализа*

Фильтрат, полученный после отделения двуокиси кремния, как указано в п. 3.3.3 немного выпаривают, прибавляют 15—20 мл 25%-ного раствора хлористого аммония и осаждают сумму полуторных окислов уротропином. Осадок промывают несколько раз горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония или 1%-ным раствором уротропина и растворяют в горячей соляной кислоте, разбавленной 1 : 3. Раствор собирают в мерную колбу вместимостью 250 мл (раствор I). Фильтрат после отделения полуторных окислов

переводят в мерную колбу вместимостью 500 мл (раствор II) (его можно использовать для определения содержания кальция и магния).

Для определения содержания окиси железа из колбы вместимостью 250 мл отбирают 50 мл раствора I в коническую колбу вместимостью 300 мл, разбавляют водой до 100—150 мл, нагревают до 60—70° С, нейтрализуют аммиаком до изменения цвета бумаги конго, прибавляют 10 мл 1 н раствора соляной кислоты, несколько капель 30%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из красно-фиолетовой в соломенно-желтую.

4.2.4. *Подсчет результатов анализа*

Подсчет результатов анализа производят как указано в п. 6.2.4 ГОСТ 2642.1—71.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ

5.1. Комплексонометрический метод (при содержании окиси алюминия от 2,0 до 50%)

5.1.1. *Сущность метода*

Метод основан на комплексонометрическом титровании с индикатором ПАН трилона Б, освободившегося после разрушения фтористым натрием, трилоната алюминия.

5.1.2. *Реактивы и растворы*

Калий углекислый (поташ) по ГОСТ 4221—65.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

Натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199—66, безводный.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—66, разбавленная 1 : 5.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67.

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

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—68, 0,1 н раствор; готовят следующим образом: 12,5 г сернокислой меди растворяют в воде, приливают 2 мл концентрированной серной кислоты и доводят водой до 1 л.

Индикаторная бумага конго.

Индикатор 1-(2-пиридилазо)-2-нафтол (ПАН), 0,2%-ный спиртовой раствор.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 25%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, 25%-ный раствор.

Ацетатный буферный раствор с pH 4,8—5,0; готовят следующим образом: 1 л 2 н раствора уксусной кислоты смешивают с 1 л раствора, содержащего 540 г трехводного уксуснокислого натрия.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—69, 2 н раствор.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—68, трехводный.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—66, 4%-ный раствор.

Уротропин фармакопейный, 30%-ный раствор.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—73, 2%-ный раствор.

Стандартный раствор хлористого алюминия для установки титра раствора трилона Б, готовят следующим образом: навеску 0,6500—0,6600 г особо чистого алюминия растворяют в 25 мл 50%-ного раствора едкого натра, нейтрализуют соляной кислотой и прибавляют в избыток 150 мл, затем доводят водой до 1 л.

Установку титра раствора трилона Б по окиси алюминия производят, как указано в п. 8.2 ГОСТ 2642.1—71.

Соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди устанавливают, как указано в п. 8.2 ГОСТ 2642.1—71.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 50%-ный раствор.

5.1.3. *Проведение анализа*

Навеску пробы 0,2 г (при содержании окиси алюминия от 2,0 до 15%) и 0,1 г (при содержании свыше 15%) смешивают с 5—6 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при 1000—1050° С 25—50 мин.

Остывший сплав опускают вместе с тиглем в стакан, в который предварительно налито 90 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 5, и слабо нагревают на плитке до получения совершенно прозрачного раствора.

В полученном растворе осаждают уротропином в присутствии хлористого аммония сумму окислов алюминия, железа и титана. Осадок промывают горячим 2%-ным раствором сернокислого аммония 5—6 раз.

Осадок вместе с фильтром опускают в стакан, в котором велось осаждение, приливают 70—100 мл воды, 15 мл 50%-ного раствора едкого натрия, нагревают до кипения и кипятят 3—5 мин.

Затем раствор фильтруют в коническую колбу вместимостью 500 мл, осадок промывают 8—10 раз горячей водой. Полученный фильтрат нейтрализуют соляной кислотой по бумаге конго до синего цвета бумаги и прибавляют 3—5 мл соляной кислоты в избыток.

В полученный раствор приливают трилон Б с избытком (30—40 мл), нагревают до 70—80° С, нейтрализуют аммиаком до изменения цвета бумаги конго, приливают 15 мл ацетатного буферного раствора и титруют избыток раствора трилона Б сернокислой медью в присутствии 5—7 капель индикатора ПАН до перехода окраски раствора из желто-зеленой в сине-фиолетовую. В титрованный раствор приливают 30 мл 4%-ного раствора фтористого натрия, нагревают до кипения и кипятят 3 мин до появления ярко-зеленой окраски.

В горячем растворе титруют раствор трилона Б, освободившийся после разрушения комплексоната алюминия, раствором сернокислой меди до перехода окраски из зеленой в ярко-синюю.

5.1.4. *Подсчет результатов анализа*

Содержание окиси алюминия (X_2) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{V \cdot K \cdot T \cdot 100}{G},$$

где

V — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование раствора трилона Б, освободившегося после разрушения комплексоната алюминия, в мл;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

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

G — навеска пробы в г.

5.1.5. Допускаемые расхождения результатов анализа не должны превышать:

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

0,30 абс.% — при содержании окиси алюминия от 10 до 30%;

0,40 абс.% — при содержании окиси алюминия свыше 30%.

5.2. Комплексонометрический метод с применением индикатора ксиленолового оранжевого (метод соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 996—67)

5.2.1. *Сущность метода*

Сущность метода указана в п. 5.2.1 ГОСТ 2642.3—71.

5.2.2. *Проведение анализа*

Для анализа берут аликвотную часть раствора I, равную 50 мл (п. 3.3.3). Аликвотную часть помещают в стакан вместимостью 400 мл и далее анализ проводят, как указано в п. 5.2.3 ГОСТ 2642.3—71.

5.2.3. *Подсчет результатов анализа*

Подсчет результатов анализа производят, как указано в п. 5.2.4 ГОСТ 2642.3—71.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ ХРОМА

6.1. Объемный метод с применением индикатора фенилантраниловой кислоты (при содержании окиси хрома от 2,0 до 65%).

6.1.1. *Сущность метода*

Содержание окиси хрома определяют объемным методом. Хромовую кислоту титруют раствором соли Мора, используя в каче-

стве индикатора щелочной раствор фенилантраниловой кислоты.

6.1.2. *Реактивы и растворы*

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

Калий углекислый (поташ) по ГОСТ 4221—65.

Натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199—66, безводный.

Смесь для сплавления, состоящая из равных частей натрия углекислого, калия углекислого и буры с добавлением на 50 г смеси 1 г азотнокислого калия.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66 и разбавленная 1 : 5.

Двойная сернокислая соль закиси железа и аммония (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор; готовят следующим образом: 30 г соли Мора растворяют в воде, прибавляют 100 мл концентрированной серной кислоты и доводят водой до 1 л.

Бихромат калия, фиксанал, 0,1 н раствор.

Фенилантраниловая кислота (дифениламин-2-карбоновая кислота). Индикатор; готовят следующим образом: 0,2 г карбоната натрия растворяют в 50 мл теплой воды, прибавляют 0,2 г фенилантраниловой кислоты и доводят водой до 100 мл;

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—66, 10%-ный раствор.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—73.

6.1.3. *Проведение анализа*

Навеску пробы 0,2 г (при содержании окиси хрома до 30%) или 0,1 г (при содержании окиси хрома свыше 30%) смешивают с 5—6 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при 1000—1050° С в течение 20—40 мин до полного разложения навески.

Остывший сплав опускают в стакан, в который предварительно налито 90 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 5. Стакан помещают на электроплитку со слабым нагревом и нагревают до полного растворения сплава. Остывший раствор титруют солью Мора, используя в качестве индикатора фенилантраниловую кислоту, до перехода окраски раствора из винно-красной в ярко-зеленую.

Если в пробе присутствует марганец, то после растворения сплава прибавляют 10 мл 10%-ного раствора хлористого натрия и кипятят до удаления запаха хлора.

Титр раствора соли Мора устанавливают по фиксаналу бихромата калия в тех же условиях.

6.1.4. *Подсчет результатов анализа*

6.1.4.1. Содержание окиси хрома (X_3) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_3 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{G},$$

где

V — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, в мл;

T — титр раствора соли Мора, выраженный в граммах окиси хрома;

G — навеска пробы в г.

6.1.4.2. Допускаемые расхождения результатов анализа не должны превышать:

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

0,30 абс.% — при содержании окиси хрома от 10 до 30%;

0,40 абс.% — при содержании окиси хрома свыше 30%.

6.2. Объемный метод с применением индикатора дифениламиносульфоната натрия (метод соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 996—67)

6.2.1. *Сущность метода*

Пробу разлагают сплавлением со смесью углекислого натрия, буры и азотнокислого натрия. Сплав выщелачивают водой и фильтруют. В растворе хром окисляют персульфатом аммония до хромовой кислоты в присутствии азотнокислого серебра. Хромовую кислоту титруют раствором соли Мора в присутствии дифениламиносульфоната натрия.

6.2.2. *Реактивы и растворы*

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66.

Натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199—66.

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

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—66.

Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 5.1057—71.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—66, 1%-ный раствор.

Смесь для сплавления; готовят следующим образом: к 4,5 г безводного углекислого натрия прибавляют 7,5 г буры и 1 г азотнокислого натрия.

Двойная сернокислая соль закиси железа и аммония (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, 0,1 н раствор, готовят следующим образом: 39,2 г соли Мора растворяют в 1000 мл воды, в которую предварительно добавлено 50 мл серной кислоты. Титр устанавливают по фиксаналу бихромата калия.

Дифениламиносульфонат натрия, 1%-ный раствор в концентрированной серной кислоте.

Бихромат калия (фиксанал), 0,1 н раствор.

6.2.3. *Проведение анализа*

Навеску пробы 0,5 г помещают в фарфоровый тигель, смешивают с 13 г смеси для сплавления и сплавляют до получения однородного сплава. После охлаждения сплав переносят водой, предварительно прокипяченной в течение 30 мин в стакан вместимостью 400 мл, разбавляют примерно до 200 мл и выдерживают на водяной бане в течение 30 мин. Раствор отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 500 мл, фильтр промывают горячей водой до удаления ионов хлора. Раствор доводят водой до метки и перемешивают.

Отбирают 100 мл раствора в стакан вместимостью 600 мл, разбавляют примерно до 200 мл водой, добавляют 9 мл серной кислоты и кипятят 10 мин, затем разбавляют до 300 мл водой, добавляют 5 мл 1%-ного раствора азотнокислого серебра, 1 г персульфата аммония, накрывают стакан часовым стеклом и кипятят в течение 25 мин, поддерживая постоянный объем раствора. После этого раствор охлаждают, добавляют 2 мл 1%-ного раствора хлористого натрия, 1—2 капли раствора дифениламиносульфоната натрия и титруют раствором соли Мора до перехода сине-фиолетовой окраски раствора в зеленую.

6.2.4. *Подсчет результатов анализа*

Содержание окиси хрома (X_4) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_4 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{G},$$

где

V — объем 0,1 *н* раствора соли Мора, израсходованный на титрование, в мл;

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

T — титр раствора соли Мора, выраженный в граммах окиси хрома.

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ

(при содержании окиси кальция от 0,3 до 10%)

7.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении и отделении кальция в виде щавелевокислой соли и титровании ионов щавелевой кислоты перманганатом калия. Осадок щавелевокислого кальция освобождают от загрязнения магнием путем переосаждения.

7.2. Реактивы и растворы

Применяемые реактивы и растворы указаны в п. 9.1.2 ГОСТ 2642.1—71.

7.3. Проведение анализа

Навеску пробы 0,2 г помещают в платиновый тигель № 9 или 10, смешивают с 7—10 г пиросернокислого калия и осторожно сплавляют в муфельной печи, постоянно доводя ее температуру до 850—900° С в течение 20—30 мин. Остывший сплав переводят горячей водой в стакан, приливают 30 мл соляной кислоты и нагревают до полного растворения хромовых солей. В раствор прибавляют 10—15 мл 25%-ного раствора хлористого аммония и осаждают аммиаком. Осадок отфильтровывают, собирая фильтрат в стакан вместимостью 500 мл, и промывают 5—6 раз горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония, после чего осадок растворяют на

фильтре в соляной кислоте и еще раз осаждают аммиаком. Раствор снова фильтруют, объединяя фильтраты. Объединенный фильтрат выпаривают до объема 100—120 мл. Далее анализ проводят, как указано в п. 9.1.3 ГОСТ 2642.1—71. Фильтрат после определения содержания окиси кальция используют для определения содержания окиси магния.

7.4. Подсчет результатов анализа

Подсчет результатов анализа производят, как указано в п. 9.1.4 ГОСТ 2642.1—71.

Допускаемые расхождения результатов анализа не должны превышать:

0,15 абс.% — при содержании окиси кальция до 2,0%;

0,20 абс.% — при содержании окиси кальция от 2 до 10,0%.

Метод определения содержания окиси кальция является арбитражным.

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ МАГНИЯ

(при содержании окиси магния от 10 до 85%)

8.1. Сущность метода

Метод основан на комплексонометрическом титровании ионов магния после осаждения его в виде магнийаммония фосфата. В качестве индикатора применяют ПАН.

8.2. Реактивы и растворы

Применяемые реактивы и растворы указаны в п. 10.1.2 ГОСТ 2642.1—71.

8.3. Проведение анализа

Фильтрат, полученный после отделения кальция щавелевокислым методом, подкисляют соляной кислотой по метиловому красному и выпаривают до объема 120—150 мл. К раствору приливают 15—20 мл 10%-ного раствора двузамещенного фосфорнокислого аммония и постепенно вводят при перемешивании 25%-ный раствор аммиака до перехода окраски раствора в желтую. Затем добавляют избыток аммиака по 20 мл на каждые 100 мл анализируемого раствора, тщательно перемешивают и оставляют на 12—15 ч.

Осадок отфильтровывают на фильтр «синяя лента», промывают осадок и стакан 4—5 раз 2,5%-ным раствором аммиака. Осадок растворяют на фильтре соляной кислотой. Раствор собирают в мерную колбу вместимостью 500 мл (раствор III), доводят до метки водой и перемешивают.

В коническую колбу вместимостью 300 мл отбирают 100 мл раствора III, приливают раствор трилона Б с избытком 30—45 мл и нейтрализуют аммиаком по бумаге конго до красного цвета бумажки, затем приливают 15 мл аммиачного буферного раствора с pH 10 и 5—7 капель 0,2%-ного спиртового раствора индикатора ПАН.

Избыток раствора трилона Б оттитровывают раствором сернокислой меди до перехода окраски раствора из желтозеленой в синефиолетовую.

8.4. *Подсчет результатов анализа*

Подсчет результатов анализа производят, как указано в п. 10.1.4 ГОСТ 2642.1—71.

Допускаемые расхождения результатов анализа не должны превышать 0,30 абс.%.

9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСЕЙ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

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

9.1. *Сущность метода*

Метод основан на определении окисей кальция и магния из отдельной навески пробы комплексонометрическим титрованием после отделения полуторных окислов. Содержание окиси кальция определяют прямым титрованием с индикатором флуорексоном при pH12. Содержание окиси магния определяют после определения суммы окисей кальция и магния с индикатором тимолфталексоном при pH10.

9.2. *Реактивы и растворы*

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

Калий углекислый (поташ) 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, 1 и 30%-ный растворы.

Тимолфталексон, индикатор; готовят следующим образом: смешивают 0,1 г индикатора с 100 г хлористого калия.

Остальные применяемые реактивы и растворы указаны в пп. 9.2.2 и 10.2.2 ГОСТ 2642.1—71.

9.3. *Проведение анализа*

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 кипе-

ния и осаждают гидроокиси 15 мл 30%-ного раствора уротропина. Раствор отфильтровывают, собирая фильтрат 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).

Для определения содержания окиси кальция отбирают 100 мл раствора IV или раствора II и проводят анализ, как указано в п. 9.2.3 ГОСТ 2642.1—71.

Для определения содержания окиси магния берут 100 мл раствора IV или раствора II и проводят анализ, как указано в п. 10.2.3 ГОСТ 2642.1—71.

9.4. Подсчет результатов анализа

Подсчет результатов анализа производят, как указано в пп. 9.2.4 и 10.2.4 ГОСТ 2642.1—71.

Замена

ГОСТ 3761—72 введен взамен ГОСТ 3761—65.
ГОСТ 3766 отменен.
ГОСТ 3769—73 введен взамен ГОСТ 3769—60.
ГОСТ 3773—72 введен взамен ГОСТ 3773—60.
ГОСТ 4217—73 введен взамен ГОСТ 4217—63.
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