МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
2642.7—
2017**

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Методы определения оксида кальция

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Научно-технический центр «Огнеупоры» (ООО «НТЦ «Огнеупоры»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 20 апреля 2017 г. № 98-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004 – 97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004 – 97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16 августа 2017 г. № 906-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2642.7—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 2642.7—97

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2017

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Требования безопасности 2
5 Комплексонометрический метод определения оксида кальция (при массовой доле от 0,2 % до 99 %) 2
6 Комплексонометрический метод определения оксида кальция (при массовой доле от 0,3 % до 4 %) 6
7 Ускоренный комплексонометрический метод определения оксида кальция (при массовой доле от 0,2 % до 45 %) 8
8 Атомно-абсорбционный метод определения оксида кальция (при массовой доле от 0,02 % до 15 %) 10
9 Обработка результатов определений 11
10 Протокол испытания 13

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Методы определения оксида кальция

Refractories and refractory raw materials. Methods for determination of calcium oxide

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземоизвестковые, известковые, высокомагнезиальные, магнезиальношпинелидные, магнезиальносиликатные, магнезиальноизвестковые огнеупоры и огнеупорное сырье и устанавливает методы количественного определения оксида кальция:

- комплексонометрические:
  при массовой доле от 0,2 % до 99 %;
  при массовой доле от 0,3 % до 4 % для хромсодержащих огнеупоров;
- ускоренный комплексонометрический — при массовой доле от 0,2 % до 45 % для магнезиальных огнеупоров;
- атомно-абсорбционный — при массовой доле от 0.02 % до 15 % для кремнеземистых, алюмосиликатных, глиноземистых, высокомагнезиальных огнеупоров.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.4.253—2013 (EN 166:2002) Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты глаз. Общие технические требования

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2642.0—2014 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 2642.3—2014 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида кремния (IV)

ГОСТ 2642.4—2016 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида алюминия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4221—76 Реактивы. Калий углекислый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4526—75 Реактивы. Магний оксид. Технические условия

ГОСТ 4530—76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 5833—75 Реактивы. Сахароза. Технические условия

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7172—76 Реактивы. Калий пиросернокислый

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 18300—87[1)] Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24104—2001[2)] Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2642.0 с дополнением по 3.1—3.2.

3.1 Для смесей для сплавления указано массовое соотношение компонентов в порядке их перечисления.

3.2 Для комплексонометрических методов анализа одновременно с исследованием аналитической пробы через все стадии анализа проводится контрольный опыт на загрязнение реактивов.

4 Требования безопасности

Требования безопасности — по ГОСТ 2642.0 с дополнением по 4.1.

4.1 При проведении испытания должны применяться индивидуальные средства защиты глаз по ГОСТ 12.4.253.

5 Комплексонометрический метод определения оксида кальция (при массовой доле от 0,2 % до 99 %)

5.1 Сущность метода

Метод основан на прямом комплексонометрическом титровании ионов кальция раствором трилона Б с использованием индикаторной смеси кислотного хром темно-синего, флуорексона с тимолфталеином или эриохром сине-черного Р, и на обратном комплексонометрическом титровании с использо-

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

[2)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

ванием в качестве второго титранта раствора хлористого кальция и индикаторной смеси флуорексона с тимолфталексоном или кислотного хром сине-черного.

Обратное комплексонометрическое титрование применяют для магнезиальных огнеупоров.

5.2 Аппаратура, реактивы, растворы и вспомогательные устройства

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая поддержание температуры 1000 °С с пределами допустимого отклонения ± 50 °С.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданной температуры сушки 110 °С с пределами допустимого отклонения ± 5 °С.

Электроплитка по техническому документу.

Весы по ГОСТ 24104[1)] или ГОСТ OIML R 76-1, класс точности II.

Тигли платиновые № 100-7 — 100-10 по ГОСТ 6563.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147 или ступка корундовая по техническому документу.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300[2)].

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Сахароза по ГОСТ 5833.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1, 1:3 и 1:20.

Уротропин фармокопейный по техническому документу, раствор с массовой долей 30 %.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 30 % (условия хранения — полиэтиленовая емкость).

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20 % (условия хранения — полиэтиленовая емкость).

Триэтаноламин по техническому документу, разбавленный 1:1 и 1:3.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773 и раствор с массовой долей 25 %.

Магния оксид по ГОСТ 4526, раствор с массовой долей 2 %: 2 г оксида магния, прокаленного при температуре не менее 800 °С в течение часа, растворяют при нагревании в 50 $см^3$ соляной кислоты (1:3), охлаждают, доводят дистиллированной водой до 100 $см^3$ и перемешивают.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, растворы с молярной концентрацией 0,025 моль/$дм^3$ и 0,05 моль/$дм^3$.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199.

Безводный тетраборнокислый натрий: натрий тетраборнокислый 10-водный, обезвоженный при температуре (400 ± 20) °С.

Калий углекислый по ГОСТ 4221.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Смесь для сплавления: углекислый натрий, безводный тетраборнокислый натрий и углекислый калий смешивают в соотношении 1:1:1.

Смесь для сплавления: углекислый натрий и безводный тетраборнокислый натрий смешивают в соотношении 2:1.

Индикатор малахитовый зеленый по техническому документу, спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %.

Индикаторная бумага Конго по техническому документу.

Индикатор флуорексон по техническому документу.

Индикатор тимолфталеин по техническому документу.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Индикаторная смесь флуорексона с тимолфталеином: 0,1 г флуорексона и 0,1 г тимолфталеина растирают в ступке с 20 г калия хлористого.

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

[2)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

Индикатор тимолфталексон (тимолфталеинкомплексон) по техническому документу.

Индикаторная смесь флуорексона с тимолфталексоном. 0,1 г флуорексона и 0,1 г тимолфталексона растирают в ступке с 20 г калия хлористого.

Индикатор кислотный хром темно-синий по техническому документу.

Индикаторная смесь кислотного хром темно-синего: 0,1 г индикатора кислотного хром темно-синего растирают в ступке с 10 г калия хлористого.

Индикатор эриохром сине-черный Р (кислотный хром сине-черный) по техническому документу.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Индикаторная смесь эриохром сине-черного Р (кислотного хрома сине-черного): 0,1 г индикатора эриохром сине-черного Р растирают в ступке с 30 г натрия хлористого.

Фильтр красная лента по техническому документу.

5.2.1 Стандартный раствор оксида кальция с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 (раствор А): 5,0044 г углекислого кальция высушивают при температуре 110 °С до постоянной массы, осторожно растворяют в 30 см^3 соляной кислоты (1:1). Углекислый газ удаляют кипячением. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Массовая концентрация стандартного раствора оксида кальция (раствор А) составляет 0,002804 г/см^3.

Массовую концентрацию раствора трилона Б по оксиду кальция устанавливают прямым титрованием следующим образом.

В коническую колбу вместимостью 300 см^3 отмеряют пипеткой 10 см^3 стандартного раствора оксида кальция (раствор А), приливают 100 см^3 дистиллированной воды, (1 — 2) капли раствора индикатора малахитового зеленого, нейтрализуют раствором гидроксида калия до обесцвечивания, затем добавляют в избыток 20 см^3 раствора гидроксида калия для достижения pH (12 — 13).

Добавляют (0,10 — 0,15) г индикаторной смеси кислотного хром темно-синего и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из сиреневой в синюю.

При использовании индикаторной смеси флуорексона с тимолфталеином раствор титруют до перехода окраски раствора из флуоресцирующей зеленой в фиолетовую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б по оксиду кальция $\rho_{ТРБ(CaO)}$, г/см^3, вычисляют по формуле

$$\rho_{ТРБ(CaO)} = \frac{10\rho_{CaO}}{V}, \quad (1)$$

где ρ_{CaO} — массовая концентрация стандартного раствора оксида кальция (раствор А), г/см^3;

10 — объем стандартного раствора оксида кальция (раствор А), см^3;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

5.2.2 Стандартный раствор хлористого кальция с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм^3 (раствор Б): 2,502 г углекислого кальция высушивают при температуре 110 °С до постоянной массы, растворяют при нагревании в 150 см^3 соляной кислоты (1:20), охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Массовая концентрация стандартного раствора хлористого кальция (раствор Б) по оксиду кальция составляет 0,001402 г/см^3.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Аналитическую пробу массой (0,20 — 0,25) г смешивают в платиновом тигле с (4 — 5) г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при температуре 1000 °С в течение (10 — 30) мин до получения прозрачного расплава.

В стакан наливают 60 см^3 соляной кислоты (1:3), помещают в него тигель со сплавом и нагревают на электроплитке до полного растворения сплава. Вынимают тигель, споласкивают его дистиллированной водой, полученный раствор охлаждают.

Для хромсодержащих огнеупоров допускается сплавление аналитической пробы с (4 — 5) г пиросернокислого калия и растворение сплава в дистиллированной воде с добавлением 7 см^3 серной кислоты при слабом нагреве до появления белых паров серного ангидрида. Раствор охлаждают, приливают 100 см^3 холодной дистиллированной воды и перемешивают.

При анализе кремнеземистых огнеупоров подготовку исходного раствора проводят по ГОСТ 2642.4, раздел 6 (комплексонометрический метод определения оксида алюминия (при массовой доле от 0,5 %

до 70 %), раствор 1 — для определения оксида алюминия в кварцитах и кремнеземистых материалах и изделиях).

5.3.2 В раствор, полученный по 5.3.1, приливают (15 — 20) см^3 раствора хлористого аммония, нагревают до (40 — 50) °С, осаждают сумму полуторных оксидов и кремниевую кислоту водным аммиаком, приливая его до появления слабого запаха. Раствор с осадком выдерживают (5 — 10) мин на электроплитке без кипения.

Допускается проводить осаждение полуторных оксидов раствором уротропина: в раствор, полученный по 5.3.1, добавляют 2 г хлористого аммония и нейтрализуют водным аммиаком до сиреневого цвета бумаги Конго, приливают 20 см^3 раствора уротропина и оставляют раствор с осадком на 10 мин на электроплитке при температуре не выше 70 °С.

Далее анализ полученных растворов ведут одинаково.

5.3.3 Раствор охлаждают, вводят (0,2 — 0,5) г сахарозы, (3 — 5) см^3 раствора триэтаноламина (1:3) и вместе с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Отфильтровывают через фильтр, отбросив две первые порции фильтрата. От полученного раствора (раствор 1) отбирают аликвотную часть, равную 100 см^3 при массовой доле оксида кальция до 10 % включительно и 50 см^3 при массовой доле оксида кальция свыше 10 % для определения оксида кальция, оставшуюся часть раствора используют для определения оксида магния.

5.3.4 При анализе огнеупорных бетонов и смесей аналитическую пробу массой 0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают (30 — 50) см^3 соляной кислоты (1:3), закрывают колбу воздушным шариковым холодильником или крышкой и кипятят на электроплитке при слабом нагреве в течение 10 мин до полного растворения пробы. Колбу снимают с электроплитки, приливают 100 см^3 дистиллированной воды и перемешивают. После охлаждения в раствор вводят (0,2 — 0,5) г сахарозы, (3 — 5) см^3 раствора триэтаноламина (1:3), отфильтровывают через фильтр в колбу вместимостью 500 см^3, фильтр промывают дистиллированной водой.

5.3.5 Для определения оксида кальция допускается использовать аликвотные части растворов:

раствор 1 по ГОСТ 2642.3, раздел 5 — гравиметрический метод определения оксида кремния (IV) (при массовой доле от 2 % до 99 %);

раствор 3 по ГОСТ 2642.3, раздел 8 — ускоренный метод определения оксида кремния (IV) (при массовой доле свыше 90 %);

раствор Е по ГОСТ 2642.3, раздел 10 — гравифотометрический метод определения оксида кремния (IV) (при массовой доле от 1 % до 90 %);

раствор 4 по ГОСТ 2642.4, раздел 6 — комплексонометрический метод определения оксида алюминия (при массовой доле от 0,5 % до 70 %).

5.3.6 В отобранную для определения оксида кальция аликвотную часть раствора по 5.3.3, 5.3.4 или 5.3.5 прибавляют (1 — 2) капли раствора индикатора малахитового зеленого, нейтрализуют раствором гидроксида калия до обесцвечивания, приливают в избыток (15 — 20) см^3 раствора гидроксида калия для достижения pH (12 — 13), добавляют (0,10 — 0,15) г индикаторной смеси кислотного хром темно-синего и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из сиреневой в синюю.

В случае использования индикаторной смеси флуорексона с тимолфталеином титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из флуоресцирующей зеленой в фиолетовую, а при использовании индикаторной смеси эриохром сине-черного Р — до перехода окраски раствора из малиновой в голубую.

В зависимости от массовой доли оксида кальция применяют растворы трилона Б различных концентраций. При массовой доле оксида кальция от 0,3 % до 5 % применяют раствор трилона Б с молярной концентрацией 0,025 моль/дм^3, при массовой доле оксида кальция от 5 % до 99 % — раствор трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3.

При использовании аликвотной части растворов по п. 5.3.5 проводят осаждение полуторных оксидов по 5.3.2. Осадок отфильтровывают через фильтр, промывая его теплой дистиллированной водой (5 — 6) раз.

При использовании аликвотной части раствора, полученной по ГОСТ 2642.3 (раствор 1, раствор 3, раствор Е), допускается замена осаждения полуторных оксидов маскировкой их триэтаноламином. Для этого в аликвотную часть раствора добавляют при помешивании 5 см^3 триэтаноламина (1:1), 10 см^3 раствора гидроксида калия и разбавляют дистиллированной водой до 150 см^3 и перемешивают. Затем добавляют 0,1 г индикаторной смеси флуорексона с тимолфталеином и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из флуоресцирующей зеленой в фиолетовую.

Массовую долю оксида кальция w_{CaO} при прямом методе титрования, %, вычисляют по формуле

$$w_{CaO} = \frac{V_1 \rho_{ТРБ(CaO)} \cdot 250}{m V_2} 100, \quad (2)$$

где V_1 — объем трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

$\rho_{ТРБ(CaO)}$ — массовая концентрация раствора трилона Б по оксиду кальция, г/см^3;

250 — объем исходного раствора, см^3;

m — масса аналитической пробы, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см^3.

5.3.7 Определение массовой доли оксида кальция в магнезиальных огнеупорах выполняют методом обратного комплексонометрического титрования.

5.3.7.1 Аликвотную часть раствора 1 по 5.3.3 объемом 100 см^3 переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 5 см^3 триэтаноламина (1:3) и раствор трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3: 10 см^3 при массовой доле оксида кальция от 0,2 % до 3 % или 20 см^3 при массовой доле оксида кальция свыше 3 %. При постоянном перемешивании по каплям вводят раствор гидроксида натрия до появления не растворяющегося при взбалтывании белого аморфного осадка. Прибавляют в избыток 10 см^3 раствора гидроксида натрия, вводят (0,020 — 0,025) г индикаторной смеси флуорексона и тимолфталексона и титруют стандартным раствором хлористого кальция (раствор Б) до перехода окраски раствора из розовой в зеленовато-серую.

При использовании индикаторной смеси кислотного хром сине-черного в раствор вводят (0,05 — 0,10) г индикаторной смеси и титруют стандартным раствором хлористого кальция до перехода окраски раствора из синей в розовую.

Примечание — По истечении (2 — 3) мин возможно возвращение синей окраски.

5.3.7.2 Проводят контрольный опыт: в аликвотную часть раствора контрольного опыта вводят 10 см^3 раствора оксида магния и проводят анализ по 5.3.7.1

5.3.7.3 Массовую долю оксида кальция w_{CaO} при обратном комплексонометрическом титровании, %, вычисляют по формуле

$$w_{CaO} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}001402 \cdot V}{m V_3} 100, \quad (3)$$

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

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

0,001402 — массовая концентрация стандартного раствора хлористого кальция (раствор Б) по оксиду кальция, г/см^3;

V — общий объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса аналитической пробы, г;

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

5.4 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида кальция приведены в разделе 9.

6 Комплексонометрический метод определения оксида кальция (при массовой доле от 0,3 % до 4 %)

6.1 Сущность метода

Метод основан на обратном комплексонометрическом титровании избытка раствора трилона Б раствором хлористого кальция при pH (12 — 13) с использованием индикаторной смеси флуорексона.

Метод применяют для хромсодержащих огнеупоров.

6.2 Аппаратура, реактивы, растворы и вспомогательные устройства

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая поддержание температуры 1100 °С с пределами допустимого отклонения ± 50 °С.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданной температуры сушки 110 °С с пределами допустимого отклонения ± 5 °С.

Электроплитка по техническому документу.

Весы по ГОСТ 24104[1)] или ГОСТ OIML R 76-1, класс точности II.

Тигли платиновые № 100-7 и № 100-10 по ГОСТ 6563.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147 или ступка корундовая по техническому документу.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300[2)].

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Уротропин фармокопейный по техническому документу, раствор с массовой долей 30 %.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 20 % (условия хранения — полиэтиленовая емкость).

Железа (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147, раствор с массовой долей 0,5 %: 5 г хлорида железа (III) 6-водного растворяют в 1000 см^3 дистиллированной воды с добавлением 10 см^3 соляной кислоты.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм^3.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199.

Безводный тетраборнокислый натрий: натрий тетраборнокислый 10-водный, обезвоженный при температуре (400 ± 20) °С.

Смесь для сплавления: углекислый натрий и безводный тетраборнокислый натрий смешивают в соотношении 2:1.

Индикатор малахитовый зеленый по техническому документу, спиртовой раствор с массовой долей 0,5 %.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Индикатор флуорексон по техническому документу.

Индикаторная смесь флуорексона: флуорексон смешивают с хлористым калием в массовом соотношении 1:100.

Фильтр красная лента по техническому документу.

Стандартный раствор хлористого кальция с молярной концентрацией 0,025 моль/дм^3: 2,5023 г углекислого кальция высушивают при температуре 110 °С до постоянной массы, растворяют в стакане вместимостью 400 см^3 в минимальном количестве ((30 — 50) см^3) раствора соляной кислоты (1:1). Углекислый газ удаляют кипячением. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Массовая концентрация стандартного раствора хлористого кальция по оксиду кальция составляет 0,001402 г/см^3.

Коэффициент пересчета с углекислого кальция на оксид кальция равен 0,5604.

6.3 Проведение анализа

6.3.1 Аналитическую пробу массой 0,25 г смешивают в платиновом тигле с (4 — 6) г смеси для сплавления. Сплавляют в течение (10 — 60) мин при температуре 1100 °С до образования прозрачного расплава.

После охлаждения сплав растворяют в соляной кислоте (1:1) при слабом нагревании. Для восстановления хрома до трехвалентного состояния прибавляют по каплям пероксид водорода или добавляют 5 см^3 раствора хлорида железа (III) и 1 см^3 азотной кислоты, нейтрализуют раствором гидроксида калия до появления осадка, который растворяют несколькими каплями раствора соляной кислоты (1:1). Приливают раствор уротропина до полного осаждения гидроксидов и еще (15 — 20) см^3 в избыток, нагревают до темпе-

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

[2)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

ратуры не более 70 °С в течение (10 — 15) мин. Полученный раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают и дают осадку отстояться. Отфильтровывают через фильтр, отбросив первые две порции фильтрата. Остальной фильтрат используют для определения оксидов кальция и магния (раствор 2).

6.3.2 Для определения оксида кальция 100 см^3 фильтрата переносят в коническую колбу вместимостью (500 — 600) см^3 и доводят объем раствора дистиллированной водой до 200 см^3. Из бюретки прибавляют 25 см^3 раствора трилона Б, несколько капель раствора малахитового зеленого, добавляют раствор гидроксида калия до обесцвечивания и еще 20 см^3 в избыток для достижения pH (12 — 13).

К полученному раствору добавляют небольшое количество индикаторной смеси флуорексона и избыток раствора трилона Б и титруют стандартным раствором хлористого кальция до перехода окраски раствора из розовой в флуоресцирующую желто-зеленую.

Объем раствора хлористого кальция, расходуемый на титрование 25 см^3 раствора трилона Б, устанавливают в контрольном опыте в тех же условиях.

6.3.3 Для определения оксидов кальция и магния допускается использовать растворы:

раствор 1 по ГОСТ 2642.3, раздел 5 — гравиметрический метод определения оксида кремния (IV) (при массовой доле от 2 % до 99 %);

раствор 3 по ГОСТ 2642.3, раздел 8 — ускоренный метод определения оксида кремния (IV) (при массовой доле свыше 90 %);

раствор Е по ГОСТ 2642.3, раздел 10 — гравифотометрический метод определения оксида кремния (IV) (при массовой доле от 1 % до 90 %);

раствор 4 по ГОСТ 2642.4, раздел 6 — комплексонометрический метод определения оксида алюминия (при массовой доле от 0,5 % до 70 %).

В этом случае используют весь раствор (фильтрат) и проводят анализ по 6.3.2.

При необходимости для указанных растворов проводят осаждение полуторных оксидов. Осадок отфильтровывают через фильтр, промывая его теплой дистиллированной водой (5 — 6) раз.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю оксида кальция w_{CaO}, %, вычисляют по формуле

$$w_{CaO} = \frac{(V_1 - V_2)V_3 \cdot 0{,}001402}{V_4 m} 100, \quad (4)$$

где V_1 — объем раствора хлористого кальция, израсходованный на титрование 25 см^3 раствора трилона Б в контрольном опыте, см^3;

V_2 — объем раствора хлористого кальция, израсходованный на титрование, см^3;

V_3 — общий объем исходного раствора, см^3;

V_4 — объем аликвотной части исходного раствора, см^3;

m — масса аналитической пробы, г;

0,001402 — массовая доля оксида кальция в растворе хлористого кальция, г/см^3.

6.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида кальция приведены в разделе 9.

7 Ускоренный комплексонометрический метод определения оксида кальция (при массовой доле от 0,2 % до 45 %)

7.1 Сущность метода

Метод основан на определении оксида кальция комплексонометрическим титрованием с индикаторной смесью эриохром сине-черного Р.

Метод применяют для магнезиальных огнеупоров.

7.2 Аппаратура, реактивы, растворы и вспомогательные устройства

Электроплитка по техническому документу.

Весы по ГОСТ 24104[1)] или ГОСТ OIML R 76-1, класс точности II.

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147 или ступка корундовая по техническому документу.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:3.

Триэтаноламин по техническому документу, разбавленный 1:1.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 20 % (условия хранения — полиэтиленовая емкость).

Сахароза по ГОСТ 5833, раствор с массовой долей 2 %.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, растворы с молярной концентрацией 0,0125 моль/дм^3 и 0,025 моль/дм^3.

Индикатор эриохром сине-черный Р по техническому документу.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Индикаторная смесь эриохром сине-черного Р: 0,1 г индикатора эриохром сине-черного Р растирают в фарфоровой ступке с 30 г хлористого натрия.

Индикатор флуорексон по техническому документу.

Индикатор тимолфталеин по техническому документу.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Индикаторная смесь флуорексона с тимолфталеином: 0,1 г флуорексона и 0,1 г тимолфталеина растирают в фарфоровой ступке с 20 г калия хлористого.

Индикатор хром темно-синий кислотный по техническому документу.

Индикаторная смесь кислотного хрома темно-синего: 0,1 г хрома темно-синего кислотного растирают в фарфоровой ступке с 10 г калия хлористого.

Индикаторная бумага Конго по техническому документу.

Массовую концентрацию раствора трилона Б по оксиду кальция устанавливают по 5.2.1. В качестве индикатора применяют эриохром сине-черный Р и титруют до перехода окраски раствора из малиновой в голубую. Допускается устанавливать массовую концентрацию раствора трилона Б по оксиду кальция с использованием ГСО.

7.3 Проведение анализа

Аналитическую пробу массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 15 см^3 соляной кислоты (1:3), закрывают колбу шариковым воздушным холодильником или крышкой и кипятят в течение 5 мин на электроплитке при слабом нагреве. После растворения аналитической пробы колбу снимают с плитки, приливают 100 см^3 горячей дистиллированной воды, 1 см^3 раствора триэтаноламина, 2 см^3 раствора сахарозы, нейтрализуют раствором гидроксида калия по бумаге Конго, приливают в избыток (15 — 20) см^3 раствора гидроксида калия для достижения pH (12 — 13), добавляют (0,1 — 0,2) г индикаторной смеси эриохром сине-черного Р и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из малиновой в голубую.

Допускается использование аликвотной части раствора объемом 100 см^3, полученного по ГОСТ 2642.3, раздел 7 (прямой фотометрический метод определения оксида кремния (IV) (при массовой доле от 0,1 % до 10 %)) и индикаторной смеси кислотного хром темно-синего или флуорексона с тимолфталеином.

7.4 Обработка результатов

7.4.1 Массовую долю оксида кальция, w_{CaO}, %, вычисляют по формуле

$$w_{CaO} = \frac{V\rho_{ТРБ(CaO)}}{m} 100, \quad (5)$$

где V — объем трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

$\rho_{ТРБ(CaO)}$ — массовая концентрация раствора трилона Б по оксиду кальция, г/см^3;

m — масса аналитической пробы, г.

7.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида кальция приведены в разделе 9.

8 Атомно-абсорбционный метод определения оксида кальция (при массовой доле от 0,02 % до 15 %)

8.1 Сущность метода

Метод основан на разложении пробы смесью фтористоводородной и серной кислот и измерении атомной абсорбции кальция в пламени (оксид азота (I) — ацетилен) или (воздух — ацетилен) при длине волны 422,7 нм.

Метод применяют для кремнеземистых, алюмосиликатных, глиноземистых и высокомагнезиальных огнеупоров.

8.2 Аппаратура, реактивы, растворы и вспомогательные устройства

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая поддержание температуры 600 °С с пределами допустимого отклонения ± 50 °С.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданной температуры сушки 110 °С с пределами допустимого отклонения ±5 °С.

Электроплитка по техническому документу.

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для определения кальция.

Чашки платиновые № 118-3 по ГОСТ 6563 или чашки из стеклоуглерода № 2 по техническому документу.

Весы по ГОСТ 24104[1)] или ГОСТ OIML R 76-1, класс точности II.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная с резиновым наконечником по техническому документу.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Оксид лантана по техническому документу, раствор с массовой концентрацией лантана 0,1 г/см^3: 29,25 г оксида лантана растворяют в 50 см^3 соляной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Хлористый лантан по техническому документу или соли лантана, раствор с массовой концентрацией лантана 0,1 г/см^3.

Фильтр «синяя лента» по техническому документу.

Стандартный раствор оксида кальция с массовой концентрацией оксида кальция 0,001 г/см^3 (раствор А): 1,7852 г углекислого кальция сушат при температуре 105 °С в течение 1 ч, помещают в стакан вместимостью (350 — 400) см^3, приливают 100 см^3 дистиллированной воды, затем добавляют по каплям раствор соляной кислоты и нагревают до полного растворения. Раствор кипятят в течение (3 — 4) мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят раствор до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Стандартный раствор оксида кальция массовой концентрации оксида кальция 0,00005 г/см^3 (раствор Б): 25 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят раствор до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Серии градуировочных растворов оксида кальция готовят следующим образом. В мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0; 20,0 см^3 стандартного раствора Б оксида кальция, что соответствует 0,000025; 0,000050; 0,000075; 0,000100; 0,000150; 0,000200; 0,000400; 0,000600; 0,000800; 0,001000 г оксида кальция. К растворам добавляют 5 см^3 раствора оксида лантана или солей лантана, доводят раствор до метки дистиллированной водой и перемешивают.

8.3 Проведение анализа

Аналитическую пробу массой 0,5 г помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, смачивают водой, приливают 15 см^3 фтористоводородной кислоты, (2 — 3) см^3 раствора серной кис-

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

лоты и выпаривают на закрытой электроплитке при периодическом помешивании до появления паров серного ангидрида. Чашку охлаждают, обмывают стенки дистиллированной водой и выпаривают содержимое чашки досуха. Сухой остаток прокаливают в муфельной печи при температуре 600 °С в течение (2 — 3) мин. Остаток растворяют при нагревании в (20 — 30) см^3 соляной кислоты, переносят в мерный стакан вместимостью 250 см^3, тщательно очищая дно и стенки чашки стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Раствор кипятят (8 — 10) мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Полученный раствор фильтруют через двойной фильтр «синяя лента», отбрасывая первые две порции фильтрата.

В зависимости от массовой доли оксида кальция в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают аликвотную часть фильтрата в соответствии с таблицей 1, добавляют 5 см^3 раствора оксида лантана или солей лантана, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля оксида кальция, %	Аликвотная часть, см^3
От 0,02 до 0,05 включ.	50
Св. 0,05 » 0,7 »	50
» 0,7 » 3,5 »	10
» 3,5 » 7 »	5
» 7 » 15 »	2

Измеряют абсорбцию кальция в пламени (оксид азота (I) — ацетилен) или (воздух — ацетилен) при длине волны 422,7 нм. Измерение проводят методом ограничивающих растворов. При смене растворов систему распыления промывают водой и проверяют нуль прибора.

8.4 Обработка результатов

8.4.1 Массу оксида кальция m, г, в аликвотной части анализируемого раствора вычисляют по формуле

$$m = m_1 + \frac{(m_2 - m_1)(A - A_1)}{A_2 - A_1}, \quad (6)$$

где m_1 и m_2 — масса оксида кальция в градуировочных растворах ($m_2 > m_1$), г;

A — атомное поглощение анализируемого раствора;

A_1, A_2 — атомное поглощение градуировочных растворов.

8.4.2 Массовую долю оксида кальция w_{CaO}, %, вычисляют по формуле

$$w_{CaO} = \frac{mV}{m_3 V_1} 100, \quad (7)$$

где m — масса оксида кальция в аликвотной части анализируемого раствора, г;

V — общий объем исходного раствора, см^3;

m_3 — масса аналитической пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

8.4.3 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида кальция приведены в разделе 9.

9 Обработка результатов определений

9.1 Проверка приемлемости

Проверяют приемлемость результатов определений массовой доли оксида кальция. Результат проверки считают удовлетворительным, если выполняется условие

$$|w_{CaO_1} - w_{CaO_2}| \le r, \quad (8)$$

где w_{CaO_1}, w_{CaO_2} — значения массовой доли оксида кальция, полученные в условиях повторяемости, %;

r — предел повторяемости, таблица 2.

За результат определений массовой доли оксида кальция принимают среднеарифметическое значение $\bar{w}_{CaO}$, полученное по двум последовательным определениям, удовлетворяющим требованию приемлемости.

Если условие (8) не выполнено, проводят два дополнительных определения и проверяют приемлемость вновь полученных результатов.

Если результаты дополнительных определений не удовлетворяют требованиям приемлемости, то за результат определений принимают среднеарифметическое из четырех полученных значений при условии, что ряд последовательно полученных значений не возрастает или не убывает монотонно.

Примечание — Допускается проводить проверку приемлемости результатов в соответствии с документами, действующими на территории государства, применяющего стандарт[1)].

9.2 В документе о качестве результат определения массовой доли оксида кальция приводят в сокращенном формате без указания расширенной неопределенности.

По требованию заказчика результат определения массовой доли оксида кальция может быть приведен в полном формате

$$[w_{CaO} \pm U(w_{CaO})], \quad (9)$$

где $U(w_{CaO})$ — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k=2.

Результат округляют до того же десятичного знака, которым заканчивается округленное значение расширенной неопределенности $U(w_{CaO})$.

Примеры

$w_{CaO} = (0,07 \pm 0,03)$ %;

$w_{CaO} = (10,1 \pm 0,4)$ %.

9.3 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Рассчитывают расхождение результатов определений массовой доли оксида кальция, полученное в условиях прецизионности. При этом расхождение между двумя средними результатами определений не должно превышать норматив контроля ($R_п$)

$$|\bar{w}_{CaO_1} - \bar{w}_{CaO_2}| \le R_п, \quad (10)$$

где $\bar{w}_{CaO_1}$, $\bar{w}_{CaO_2}$ — первое и второе значения массовой доли оксида кальция, %.

При превышении норматива измерения повторяют. При повторном превышении выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют.

9.4 Оперативный контроль точности

Контроль процедуры выполнения определений (контроль точности результатов измерений) проводят не реже одного раза в смену или одновременно с каждой партией рабочих проб. Для контроля точности результатов измерений применяют государственные стандартные образцы, стандартные образцы предприятия или смеси, аттестованные в установленном порядке. Если отклонение результата определения массовой доли оксида кальция в образце для контроля $\bar{w}_{CaO}$ от аттестованного (расчетного) значения $A_{со}$ не превышает норматива контроля $K_т$ (таблица 2)

$$|\bar{w}_{CaO} - A_{со}| \le K_т, \quad (11)$$

результаты контрольной процедуры признают удовлетворительными. При невыполнении условия (11) определение повторяют. При повторном невыполнении условия (11) определения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Таблица 2

В процентах

Массовая доля оксида кальция	Нормы точности и нормативы контроля точности			
	U(w)	$R_л$	r	$K_т$
От 0,02 до 0,05 включ.	0,02	0,03	0,02	0,01
Св. 0,05 » 0,1 »	0,03	0,04	0,03	0,02
» 0,1 » 0,2 »	0,04	0,05	0,04	0,03
» 0,2 » 0,5 »	0,07	0,08	0,07	0,04
» 0,5 » 1 »	0,09	0,12	0,10	0,06
» 1 » 2 »	0,13	0,16	0,13	0,08
» 2 » 5 »	0,20	0,25	0,20	0,15
» 5 » 10 »	0,3	0,4	0,3	0,2
» 10 » 20 »	0,4	0,5	0,4	0,3
» 20 » 50 »	0,6	0,7	0,6	0,4
» 50 » 99 »	0,7	0,8	0,7	0,5

10 Протокол испытания

Результаты определений записывают в протокол, в котором указывают:
- обозначение настоящего стандарта;
- наименование организации, проводившей испытание;
- обозначение испытуемого огнеупора или огнеупорного сырья, марку, номер партии;
- наименование предприятия-изготовителя;
- дату проведения испытания;
- метод определения оксида кальция;
- значение результата определения оксида кальция;
- должность, фамилию, имя, отчество исполнителя;
- подпись исполнителя.

Примечание — Допускается проводить оформление результатов измерений в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025, либо с правилами, действующими на конкретном предприятии.

УДК 666.76:543.06:006.354 МКС 81.080 И 29

Ключевые слова: огнеупоры, огнеупорное сырье, оксид кальция, метод комплексонометрический, метод атомно-абсорбционный

БЗ 1—2017/82

Редактор *А.А. Лиске*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.А. Ворониной*

Сдано в набор 18.08.2017. Подписано в печать 23.08.2017. Формат 60×84 $^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10 Тираж 25 экз. Зак. 1499.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru