МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ 24523.4— 2022**

# ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ

## Методы определения оксида кальция

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «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 Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 9 «Огнеупоры»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 сентября 2022 г. № 154-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 | ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 октября 2022 г. № 1214-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 24523.4—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2023 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 24523.4—80

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

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 . . . . . 2
6 Атомно-абсорбционный метод определения оксида кальция . . . . . 3
7 Обработка результатов определений . . . . . 5
8 Протокол испытания . . . . . 6

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й  С Т А Н Д А Р Т

# ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ

## Методы определения оксида кальция

Electrotechnical periclase. Methods for determination of calcium oxide

**Дата введения — 2023—06—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на электротехнический периклаз и устанавливает следующие методы количественного определения оксида кальция при массовой доле от 0,2 % до 3,0 %:

- комплексонометрический;
- атомно-абсорбционный.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4140 Реактивы. Стронций хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4234 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4526 Реактивы. Магний оксид. Технические условия

ГОСТ 4530 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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

ГОСТ 24523.0 Периклаз электротехнический. Общие требования к методам химического анализа

ГОСТ 24523.1—80 Периклаз электротехнический. Метод определения оксида кремния (IV)

ГОСТ 24523.5 Периклаз электротехнический. Метод определения окиси магния

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

---

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия».

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

**Издание официальное**

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 24523.0.

## 4 Требования безопасности

4.1 Требования безопасности — по ГОСТ 24523.0.

## 5 Комплексонометрический метод определения оксида кальция

### 5.1 Сущность метода

Метод основан на 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.

### 5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая поддержание температуры 800 °С с пределами допустимого отклонения ±50 °С.

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

Электроплитка с закрытой спиралью по технической документации.

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

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Триэтаноламин по технической документации, разбавленный 1:3.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм$^3$: 9,31 г трилона Б растворяют в 200 см$^3$ дистиллированной воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20 %.

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

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Индикатор флуорексон по технической документации.

Индикатор тимолфталексон по технической документации.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Смесь индикаторная флуорексона и тимолфталексона: 0,1 г флуорексона и 0,1 г тимолфталексона растирают в фарфоровой ступке с 10 г хлористого калия.

Индикатор кислотный хром сине-черный по технической документации.

Смесь индикаторная кислотного хрома сине-черного: 0,1 г кислотного хрома сине-черного растирают в фарфоровой ступке с 30 г хлористого калия.

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, разбавленной 1:3, охлаждают, доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 см$^3$ и перемешивают.

**5.2.1 Приготовление стандартных растворов**

Стандартный раствор хлористого кальция с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм$^3$: 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 и перемешивают.

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

**5.3 Проведение анализа**

5.3.1 Подготовку анализируемого раствора проводят по ГОСТ 24523.1, раздел 5.

Допускается проводить подготовку анализируемого раствора без сплавления аналитической пробы. Для этого аналитическую пробу массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см$^3$, добавляют 30 см$^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:3, и нагревают в течение 6—15 мин при периодическом помешивании до растворения аналитической пробы. Допускается присутствие нерастворимого остатка. Полученный раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см$^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.3.2 От анализируемого раствора, полученного по 5.3.1, отбирают аликвотную часть объемом 100 см$^3$.

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

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

5.3.4 Проводят контрольный опыт. Для этого в аликвотную часть раствора контрольного опыта вводят 10 см$^3$ раствора оксида магния, далее проводят контрольный опыт по 5.3.3.

**5.4 Обработка результатов**

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

$$w_{CaO} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}001402 \cdot V}{m V_3} 100, \quad (1)$$

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 — массовая концентрация раствора хлористого кальция 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$^3$.

5.4.2 Контроль точности результатов определений осуществляют в соответствии с разделом 7 настоящего стандарта.

## 6 Атомно-абсорбционный метод определения оксида кальция

**6.1 Сущность метода**

Метод основан на измерении атомной абсорбции кальция в пламени ацетилен-оксид азота (I) при длине волны 422,7 нм. В качестве спектрохимического буфера используют растворы хлористых солей стронция или лантана.

### 6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для определения кальция.

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

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

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стронций хлористый 6-водный по ГОСТ 4140, раствор с массовой концентрацией 86 г/дм$^3$.

Оксид лантана по технической документации.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:3.

Раствор хлористого лантана: 29,3 г оксида лантана смачивают небольшим количеством дистиллированной воды, а затем растворяют в 50 см$^3$ соляной кислоты, охлаждают, доводят объем раствора дистиллированной водой до 250 см$^3$ и перемешивают.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

#### 6.2.1 Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор хлористого кальция (раствор А): 0,8925 г углекислого кальция высушивают при температуре 110 °С до постоянной массы, растворяют в 40 см$^3$ соляной кислоты (1:3), переносят в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Массовая концентрация стандартного раствора хлористого кальция по оксиду кальция составляет 0,001 г/см$^3$.

Стандартный раствор хлористого кальция (раствор Б): 10 см$^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 200 см$^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Массовая концентрация стандартного раствора хлористого кальция по оксиду кальция составляет 0,00005 г/см$^3$.

#### 6.2.2 Построение градуировочного графика

В десять мерных колб вместимостью 50 см$^3$ каждая отбирают микробюреткой 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 и 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 и 0,00045 г оксида кальция.

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

Измеряют атомную абсорбцию анализируемого раствора в верхней части пламени «ацетилен-оксид азота (I)» при длине волны 422,7 нм.

Массу оксида кальция определяют по измеренным значениям атомной абсорбции за вычетом атомной абсорбции контрольного опыта, проведенного параллельно с пробами. Строят градуировочный график по средним значениям двух измерений атомной абсорбции и соответствующим им массам оксида кальция.

### 6.3 Проведение анализа

Подготовку анализируемого раствора проводят по ГОСТ 24523.1, раздел 5, или по ГОСТ 24523.5, объемный комплексонометрический метод.

Отбирают аликвотную часть анализируемого раствора в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Объем аликвотной части раствора

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

Аликвотную часть анализируемого раствора переносят в мерную колбу вместимостью 50 см$^3$, добавляют 2 см$^3$ раствора хлористого стронция или 2,5 см$^3$ раствора хлористого лантана, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию анализируемого раствора в верхней части пламени «ацетилен-оксид азота (I)» при длине волны 422,7 нм.

Массу оксида кальция определяют по измеренным значениям атомной абсорбции за вычетом атомной абсорбции контрольного опыта, проведенного параллельно с пробами.

Определение проводят по градуировочному графику.

При смене растворов систему распыления промывают водой.

### 6.4 Обработка результатов

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

$$w_{CaO} = \frac{m_1 V}{m V_1} 100, \quad (2)$$

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

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

$m$ — масса аналитической пробы, г;

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

6.4.2 Контроль точности результатов определений осуществляют в соответствии с разделом 7 настоящего стандарта.

## 7 Обработка результатов определений

### 7.1 Проверка приемлемости

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

$$|w_{CaO_1} - w_{CaO_2}| \le r, \quad (3)$$

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

$r$ — предел повторяемости, таблица 2.

Таблица 2 — Нормы точности и нормативы контроля точности

В процентах

| Массовая доля оксида кальция | Нормы точности и нормативы контроля точности | | | |
|---|---|---|---|---|
| | $U(w)$ | $R_л$ | $r$ | $K_T$ |
| От 0,2 до 0,5 включ. | 0,07 | 0,08 | 0,07 | 0,04 |
| Св. 0,5 до 1,0 включ. | 0,09 | 0,12 | 0,10 | 0,06 |
| Св. 1,0 до 2,0 включ. | 0,13 | 0,17 | 0,14 | 0,09 |
| Св. 2,0 до 3,0 включ. | 0,16 | 0,20 | 0,17 | 0,11 |

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

Если условие (3) 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 среднее арифметическое 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)].

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

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

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

$$[w_{CaO} \pm U(w_{CaO})], \quad (4)$$

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:***

$W_{CaO} = (2,23 \pm 0,16)$ %;

$W_{CaO} = (0,60 \pm 0,09)$ %.

### 7.3 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 ($R_л$) (таблица 2):

$$|\overline{w}_{CaO_1} - \overline{w}_{CaO_2}| \le R_л, \quad (5)$$

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

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

### 7.4 Оперативный контроль точности

Контроль выполнения процедуры 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 $\overline{w}_{CaO}$ от аттестованного (расчетного) значения $A_{co}$ не превышает норматива контроля $K_Т$ (таблица 2):

$$|\overline{w}_{CaO} - A_{co}| \le K_Т. \quad (6)$$

При невыполнении условия (6) определение повторяют. При повторном невыполнении условия (6) определения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

## 8 Протокол испытания

Результаты определений записывают в протокол, в котором указывают:

- обозначение настоящего стандарта;
- наименование организации, проводившей испытание;
- обозначение испытуемого электротехнического периклаза, марку, номер партии;
- 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 ISO/IEC 17025 либо с правилами, действующими в конкретной организации.

УДК 621.315.612.8:546.41-31.06:006.354 МКС 81.080

Ключевые слова: периклаз электротехнический, оксид кальция, комплексонометрический метод, атомно-абсорбционный метод

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 31.10.2022. Подписано в печать 08.11.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru