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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 24523.5— 2023

ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения оксида магния

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

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 28 июля 2023 г. № 163-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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 августа 2023 г. № 716-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 24523.5—2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2024 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 24523.5—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 «Институт стандартизации», 2023

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

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

Метод определения оксида магния

Electrotechnical periclase. Method for determination of magnesium oxide

Дата введения — 2024—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на электротехнический периклаз и устанавливает объемный комплексонометрический метод количественного определения массовой доли оксида магния в диапазоне от 93 % до 100 %.

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 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234 Реактивы. Калий хлористый. 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 18300[2)] Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24104[3)] Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24523.0 Периклаз электротехнический. Общие требования к методам химического анализа

ГОСТ 24523.1—2021 Периклаз электротехнический. Метод определения оксида кремния (IV)

ГОСТ 24523.4 Периклаз электротехнический. Методы определения оксида кальция

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 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

[3)] 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 это 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

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 24523.0.

4 Требования безопасности

Требования безопасности — по ГОСТ 24523.0.

5 Объемный комплексонометрический метод определения оксида магния (при массовой доле от 93 % до 100 %)

5.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в титровании суммы оксидов магния и кальция трилоном Б при pH 10 в присутствии индикаторов кислотного хрома темно-синего, тимолфталексона или метилтимолового синего. Алюминий и железо предварительно маскируют триэтаноламином.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Электроплитка с закрытой спиралью по технической документации.

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

Ступки и пестики фарфоровые № 5 или № 7 по ГОСТ 9147.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Фильтр «красная лента» по технической документации.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Триэтаноламин по технической документации, разбавленный 1:3. Допускается использовать неочищенный триэтаноламин, имеющий бурую окраску, который очищают следующим образом:

100 $см^3$ триэтаноламина помещают в стакан вместимостью 500 $см^3$, охлаждают стакан в холодной воде и добавляют при помешивании 150 $см^3$ смеси концентрированной соляной кислоты с этиловым спиртом в соотношении 1:1. Выделившиеся кристаллы солянокислого триэтаноламина отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 2—3 раза спиртом и высушивают на воздухе. Применяют 25 %-ный раствор (по массе) солянокислого триэтаноламина.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773 и раствор с массовой долей 20 %.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Раствор аммиачный буферный с pH 10:67,5 г хлористого аммония растворяют в 300—400 $см^3$ дистиллированной воды, приливают 570 $см^3$ водного аммиака, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Индикатор кислотный хром темно-синий по технической документации, раствор с массовой долей 0,5 %: к 1 $см^3$ раствора хлористого аммония с массовой долей 20 % прибавляют 1 $см^3$ водного аммиака и 8 $см^3$ дистиллированной воды. В полученной смеси растворяют 0,5 г кислотного хрома темно-синего,

раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора до метки этиловым спиртом и перемешивают.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Индикатор тимолфталексон или метилтимоловый синий по технической документации.

Смесь индикаторная тимолфталексона или метилтимолового синего с хлористым калием: 0,05 г тимолфталексона или метилтимолового синего и 50 г хлористого калия тщательно растирают в фарфоровой ступке.

Стандартный раствор сернокислого магния с концентрацией эквивалента сернокислого магния 0,1 моль/$дм^3$, приготовленный из фиксанала сернокислого магния, по технической документации. 1 $см^3$ раствора содержит 0,002016 г оксида магния.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,075 моль/$дм^3$: 14 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.

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250—300 $см^3$ переносят 25 $см^3$ стандартного раствора сернокислого магния, прибавляют 70—80 $см^3$ дистиллированной воды, 2 $см^3$ триэтаноламина и перемешивают. Приливают 15 $см^3$ буферного раствора, 5—7 капель раствора индикатора кислотного хрома темно-синего и титруют трилоном Б до изменения окраски из розовой в синюю или прибавляют 0,3—0,4 г индикаторной смеси тимолфталексона или метилтимолового синего с хлористым калием и титруют трилоном Б до изменения окраски из ярко-голубой в бесцветную. В конечной точке титрования раствор может иметь неизменяющийся слабо-голубоватый цвет.

Массовую концентрацию раствора трилона Б по оксиду магния ($\rho_{ТРБ(MgO)}$) рассчитывают по формуле

$$\rho_{ТРБ(MgO)} = \frac{0,002016V}{V_1}, \quad (1)$$

где 0,002016 — массовая концентрация оксида магния в стандартном растворе сернокислого магния, г/$см^3$;

V — объем стандартного раствора сернокислого магния, использованный для определения массовой концентрации раствора трилона Б по оксиду магния, $см^3$;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, $см^3$.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Подготовку анализируемого раствора проводят по ГОСТ 24523.1—2021, раздел 5.

Допускается проводить подготовку анализируемого раствора без сплавления аналитической пробы. Для этого аналитическую пробу массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, приливают 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. Полученный раствор фильтруют в сухую колбу через сухой фильтр «красная лента»», отбрасывая первую порцию фильтрата.

5.3.2 От анализируемого раствора, полученного по 5.3.1, отбирают аликвотную часть объемом 25 $см^3$.

5.3.3 Аликвотную часть анализируемого раствора переносят в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают 70—80 $см^3$ дистиллированной воды, 2 $см^3$ триэтаноламина, тщательно перемешивают и добавляют 15 $см^3$ аммиачного буферного раствора и титруют в присутствии индикатора.

При применении индикатора кислотного хрома темно-синего: вводят 5—7 капель раствора индикатора кислотного хрома темно-синего и титруют трилоном Б до изменения окраски из розовой в синюю.

При применении индикаторной смеси тимолфталексона или метилтимолового синего с хлористым калием: прибавляют 0,3—0,4 г индикаторной смеси тимолфталексона или метилтимолового синего с хлористым калием и титруют трилоном Б до изменения окраски из ярко-голубой в бесцветную. В конечной точке титрования раствор может иметь неизменяющийся слабо-голубоватый цвет.

5.4 Обработка результатов

Массовую долю оксида магния w_{MgO}, %, вычисляют по формуле

$$w_{MgO} = \frac{(V_1 - V_3) \cdot \rho_{ТРБ(MgO)} \cdot V}{m V_2} 100 - 0{,}719 \cdot w_{CaO}, \quad (2)$$

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

V_3 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

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

V — общий объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса аналитической пробы, г;

V_2 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3;

0,719 — коэффициент пересчета оксида кальция на оксид магния;

w_{CaO} — массовая доля оксида кальция, %, определенная по ГОСТ 24523.4.

6 Обработка результатов определений

6.1 Проверка приемлемости

Проверяют приемлемость результатов определений массовой доли оксида магния. Результат проверки считают удовлетворительным, если выполнено условие

$$|w_{MgO_1} - w_{MgO_2}| \le r, \quad (3)$$

где w_{MgO_1}, w_{MgO_2} — значения массовой доли оксида магния, полученные в условиях повторяемости опыта, %;

r — предел повторяемости (см. таблицу 1).

Таблица 1

В процентах

Массовая доля оксида магния	Нормы точности и нормативы контроля точности			
	$U(w)$	$R_л$	r	$K_Т$
От 93 до 100 включ.	0,5	0,6	0,5	0,3

За результат определений массовой доли оксида магния принимают среднее арифметическое значение $\overline{w}_{MgO}$, 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)].

6.2 В документе о качестве результат определения массовой доли оксида магния 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 магния может быть приведен в полном формате

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

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

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

Примеры:
w_{MgO} = (95 ± 0,5) %;
w_{MgO} = (98 ± 0,5) %

6.3 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Рассчитывают расхождение результатов определений массовой доли оксида магния, полученное в условиях прецизионности. При этом расхождение между двумя средними результатами определений не должно превышать норматив контроля $R_л$ (см. таблицу 1).

$$|\bar{w}_{MgO_1} - \bar{w}_{MgO_2}| \le R_л, \quad (5)$$

где $\bar{w}_{MgO_1}$, $\bar{w}_{MgO_2}$ — первое и второе значения массовой доли оксида магния, %.

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

6.4 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 организации или смеси, аттестованные в установленном порядке. Если отклонение результата определения массовой доли оксида магния в образце для контроля $\bar{w}_{MgO}$ от аттестованного (расчетного) значения A_{co} не превышает норматива контроля K_T (см. таблицу 1)

$$|\bar{w}_{MgO} - A_{co}| \le K_T, \quad (6)$$

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

7 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;
- дату проведения испытания;
- значение результата определения массовой доли оксида магния;
- 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 621.315.612.8:546.284-31.06:006.354 МКС 81.080

Ключевые слова: периклаз электротехнический, оксид магния, объемный комплексонометрический метод

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 25.08.2023. Подписано в печать 31.08.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации» 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