ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56250— 2014

Стекловолокно

ВОЛОКНО КРЕМНЕЗЕМНОЕ

Методы определения химического состава

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «НПО Стеклопластик» совместно с Объединением юридических лиц «Союз производителей композитов»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 063 «Стеклопластики, стекловолокна и изделия из них»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 ноября 2014 г. № 1785-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «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 (gost.ru)

© Стандартинформ, 2015

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Стекловолокно

ВОЛОКНО КРЕМНЕЗЕМНОЕ

Методы определения химического состава

Glassfiber. Silicafiber. Methods for determination of chemical composition

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на стекловолокнистые материалы кремнеземного состава: кремнеземное волокно, нити, ленты, ровинги, ткани, сетки, холсты, нетканые материалы и маты из рубленных или непрерывных нитей, скрепленных синтетическим связующим и устанавливает методы определения химического состава.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61–75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83–79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 177–88 Водорода перекись. Технические условия

ГОСТ 1277–75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770–74 (ISO 1042–83, ISO 4788–80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3117–78 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640–94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3760–79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3769–78 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия

ГОСТ 3773–72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4145-74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4166–76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4238–77 Реактивы. Квасцы алюмоаммонийные. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4478–78 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 5823–78 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 6259–75 Реактивы. Глицерин. Технические условия

ГОСТ 6552–80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

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

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10484–78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

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

ГОСТ 11293–89 Желатин. Технические условия

ГОСТ 14183–78 Стекло органическое часовое. Технические условия

ГОСТ 14919–83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 22867–77 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 29169–91 Посуда лабораторная стеклянна. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251–91 (ИСО 385-1–84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ OIML R 111-1–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов точности E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_{1-2}, M_2, M_{2-3} и M_3. Часть 1. Метрологические и технические требования

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 55878–2013 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

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 заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **стекловолокнистые материалы кремнеземного состава (материалы):** Стекловолокнистые материалы с массовой долей диоксида кремния в интервале от 94 % до 98 %.

3.2 **аликвотная часть раствора:** Объем части раствора, отбираемый мерной пипеткой из общего объема мерной колбы.

3.3 **аликвотность:** Отношение общего объема мерной колбы к объему аликвотной части раствора.

4 Сущность методов анализа

4.1 Массовую долю диоксида кремния определяют двумя методами, которые обеспечивают сопоставимость результатов анализа.

4.1.1 При выполнении полного химического анализа, используют расчетный метод определения массовой доли диоксида кремния (X_{SiO_2}),исходя из формулы

$$X_{SiO_2} = 100 - \left(X_{Al_2O_3} + X_{Fe_2O_3} + X_{TiO_2} + X_{CaO} + X_{MgO} + X_{Na_2O} + X_{K_2O}\right) \quad (1)$$

где $X_{Al_2O_3}$ –массовая доля оксида алюминия, %;

$X_{Fe_2O_3}$ – массовая доля оксида железа (III), %;

X_{TiO_2} – массовая доля диоксида титана, %;

X_{CaO} – массовая доля оксида кальция, %;

X_{MgO} – массовая доля оксида магния, %;

X_{Na_2O} – массовая доля оксида натрия, %;

X_{K_2O} – массовая доля оксида калия, %.

4.1.2 В качестве поверочного метода используют ускоренный гравиметрический метод однократного выделения кремневой кислоты дегидратацией с концентрированной соляной кислотой с применением желатина.

4.2 Массовые доли оксидов кальция и магния определяют методом объемного комплексонометрического титрования с трилоном Б, который основан на образовании устойчивых, хорошо растворимых в воде комплексных соединений с ионами кальция и магния и менее устойчивых окрашенных комплексов кальция и магния с индикатором кислотным хром темно-синим, которые в эквивалентной точке титрования разлагаются с изменением цвета от розового к сине-фиолетовому. Оксид кальция определяют в щелочной среде при pH = (11-13), а оксид магния определяют по разности объемов трилона Б, пошедших на титрование суммы ионов кальция и магния при pH = (9-10) и ионов кальция при pH = (11-13).

4.3 Массовую долю оксида алюминия определяют методом комплексонометрического обратного титрования с трилоном Б, при котором ионы алюминия (Al^{3+}), железа (Fe^{3+}) и титана (TiO^{2+}) связываются при температуре кипения с трилоном Б во внутрикомплексные соединения, а избыток трилона Б титруют при pH = (5-5,5) уксуснокислым цинком с индикатором ксиленоловым оранжевым до перехода окраски раствора от желтой к ярко-малиновой.

4.4 Массовую долю диоксида титана определяют фотометрическим методом, основанным на реакции образования титанопероксидного комплекса, окрашенного в желтый цвет в разбавленной серной кислоте [$TiO(H_2O_2)(SO_4)_2$].

4.5 Массовую долю оксида железа (III) определяют фотометрическим методом, основанным на образовании окрашенного в желтый цвет комплекса сульфосалицилата железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде при pH = (8-11).

4.6 Массовую долю оксидов натрия и калия определяют пламенно-фотометрическим методом. При анализе оксидов щелочных металлов применяют стандартные растворы известных концентраций, которые подбирают так, чтобы концентрация анализируемого раствора находилась между известными меньшей и большей концентрациями. Расчет массовых долей оксидов натрия и калия проводят по формуле линейной интерполяции или строят градуировочный график линейной зависимости показаний микроамперметра от концентрации оксида щелочного элемента $y = f(x)$.

5 Требования к условиям проведения анализа

При проведении анализа необходимо соблюдать следующие условия микроклимата в помещениях лаборатории:

- температура должна быть (20 ± 5) °С;
- изменение температуры не должно превышать 1 °С в течение 1 ч;
- относительная влажность воздуха – от 30 % до 80 %.

6 Подготовка к анализу

6.1 Порядок отбора проб от партии определяется нормативной документацией на продукцию.

6.2 Аппаратура, реактивы

Весы лабораторные аналитические класса точности II по ГОСТ Р 53228.

Гирикласса F_1 по ГОСТ OIMLR 111-1.

Печь муфельная или горелка с температурой нагрева (1000 ± 5) °С.

Чашка платиновая круглодонная по ГОСТ 6563.

Эксикатор 1-180 по ГОСТ 25336, заполненный обезвоженным гранулированным хлористым кальцием.

Кальций хлористый обезвоженный гранулированный по нормативной документации, «чистый».

6.2.1 Проведение подготовки к анализу

Отобранную для испытаний пробу сокращают до аналитической пробы от 5 до 10 г материала, помещают в платиновую чашку и прокаливают в муфельной печи при температуре (1000 ± 5) °С в течение 1 ч. Затем пробу охлаждают в эксикаторе 30 ± 1 мин и берут по две параллельные навески одновременно на все определяемые компоненты.

7 Проведение полного химического анализа

7.1 Для проведение анализа и приготовления растворов для анализа применяют реактивы квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа», а также импортные реактивы. Допускается замена средств измерения, аппаратуры, реактивов и лабораторной посуды на аналогичные, не уступающие им по метрологическим и техническим характеристикам.

7.2 Определение массовой доли диоксида кремния гравиметрическим методом

7.2.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные аналитические класса точности II по ГОСТ Р 53228.

Весы технические класса точности III или IIII по ГОСТ Р 53228.

Гири класса F_1 по ГОСТ OIMLR 111-1.

Печь муфельная или горелка с номинальной температурой нагрева (1000 ± 5) °С.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Фильтры обеззоленные «белая лента» диаметром 11 см.

Термометр типа ТЛ-1-100 °С.

Баня водяная.

Лампа инфракрасного излучения ЗС-3 мощностью 300 Вт.

Тигель платиновый с крышкой по ГОСТ 6563.

Стакан В-1-200ТС по ГОСТ 25336.

Воронка В-75-110ХС по ГОСТ 25336.

Стекло часовое по ГОСТ 14183.

Эксикатор 1-180 по ГОСТ 25336, заполненный обезвоженным гранулированным хлористым кальцием.

Капельница по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый обезвоженный по НД, «чистый».

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и раствор, разбавленный 1:99.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, раствор с массовойдолей 40 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Желатин технический по ГОСТ 11293, раствор с массовой долей 1 %, готовят растворением 1 г желатина в 100 $см^3$ дистиллированной воды при постоянном помешивании в нагретой от 60 °С до 70 °С водяной бане. Используют свежеприготовленный раствор.

7.2.2 Проведение анализа

Навеску предварительно подготовленной пробы по 6.2.1 массой 0,2 г, взятую в платиновом тигле, сплавляют с 2 г углекислого натрия при температуре (1000 ± 5) °С на газовой горелке или в муфельной печи. После охлаждения сплав количественно переносят горячей дистиллированной водой в стакан вместимостью 200 $см^3$. Затем в тигель приливают 15–20 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и содержимое тигля небольшими порциями переносят в стакан, предварительно накрыв его часовым стеклом во избежание разбрызгивания. После разложения сплава часовое стекло и внутренние стенки стакана смывают горячей дистиллированной водой и содержимое стакана выпаривают на водяной бане или под лампой инфракрасного излучения до влажных солей. После охлаждения в стакан добавляют 20 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, перемешивают содержимое, стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают при комнатной температуре от 12 до 20 ч.

Далее стакан помещают в водяную баню, нагретую до (70 ± 5) °С, и выдерживают 5 мин, перемешивая содержимое стакана стеклянной палочкой. Затем в стакан приливают 15 $см^3$ свежеприготовленного раствора желатина с массовой долей 1 % и выдерживают при (70 ± 5) °С еще 5 мин, также непрерывно помешивая. Стакан вынимают из бани, через 5 мин, его содержимое количественно переносят на фильтр «белая лента» диаметром 11 см и промывают 12–15 раз нагретым до (70 ± 5) °С, разбавленным (1:99) по объему раствором соляной кислоты.

Фильтр с осадком помещают в прокаленный и взвешенный платиновый тигель, ставят в муфельную печь и прокаливают сначала при температуре (500 ± 5) °С 1 ч, затем при температуре (700 ± 5) °С – 30–40 мин, далее при температуре (1000 ± 5) °С – 1 – 1,5 ч. Затем тигель с осадком охлаждают в эксикаторе 20–30 мин и взвешивают (m_1).

Прокаленный и взвешенный осадок проверяют на «чистоту». Для этого в тигель прибавляют две капли серной кислоты и 10 $см^3$ фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля выпаривают на электроплитке досуха, прокаливают 5 мин на газовой горелке или 30 мин в муфеле при температуре (1000 ± 5) °Сдо постоянной массы и, после охлаждения в эксикаторе, снова взвешивают (m_2).

7.2.3 Обработка результатов

Массовую долю диоксида кремния X_{SiO_2}, %, вычисляют по формуле

$$X_{SiO_2} = \frac{(m_1 - m_2)\cdot 100}{m}, \quad (2)$$

где m_1 – масса тигля с осадком диоксида кремния до проверки его на «чистоту», г;

m_2 – масса тигля с остатком после проверки осадка диоксида кремния на «чистоту», г;

m – масса навески материала, г.

7.3 Определение массовых долей оксидов алюминия, железа (III), титана (IV), кальция и магния

7.3.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные аналитические класса точности IIпо ГОСТ Р 53228.

Весы технические класса точности III или IIII по ГОСТ Р 53228.

Гири класса F_1 по ГОСТ OIMLR 111-1.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Чашка платиновая круглодонная со шпателем по ГОСТ 6563.

Колба 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1-10, 1-50 по ГОСТ 1770.

Воронка В-75-110ХС по ГОСТ 25336.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и раствор концентрации C (HCl) = 2 моль/дм^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, раствор с массовой долей 40 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.3.2 Проведение анализа

Навеску материала, подготовленного по 6.2,1, массой 0,5 г, взятую в платиновой чашке на аналитических весах, увлажняют несколькими каплями дистиллированной воды, в чашку приливают 2 см^3 серной кислоты, 10 см^3 фтористоводородной кислоты и медленно выпаривают на электроплитке досуха.

К сухому остатку в чашке приливают 30 см^3 раствора соляной кислоты концентрации C(HCl) = 2 моль/дм^3 и нагревают на электроплитке до полного растворения солей. Затем раствор из чашки количественно переносят горячей дистиллированной водой в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Раствор в колбе охлаждают, доводят его объем до метки дистиллированной водой, перемешивают и в дальнейшем используют для определения массовых долей оксидов алюминия, железа (III), титана (IV), кальция и магния.

7.3.3 Определение массовой доли оксида алюминия

7.3.3.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные аналитические класса точности II по ГОСТ Р 53228.

Весы технические класса точности III или IIII по ГОСТ Р 53228.

Гири класса F_1 по ГОСТ OIMLR 111-1.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Ступка фарфоровая.

Фильтры обеззоленные «белая лента» диаметром 11 см и «красная лента» диаметром 15 см.

Колбы мерные 2-1000-2; 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Бюретки 1-2-10-0,1; 1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетки градуированные 6-2-5, 6-2-10 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1-25, 1-50 по ГОСТ 1770.

Пипетки Мора 2-2-25, 2-2-50, 2-2-100 по ГОСТ 29169.

Стакан В-1-400ТС по ГОСТ 25336.

Колба коническая Кн-1-250(300)-34 ТСХ по ГОСТ 25336.

Капельница по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Цинк металлический по ГОСТ 3640.

Трилон Б по ГОСТ 10652, раствор концентрации C(ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3, готовят растворением реактива массой 9,3065 г в дистиллированной воде, фильтруют, доводят до объема 1 дм^3 в мерной колбе водой и перемешивают.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, раствор концентрации $C[Zn(CH3COO)_2]$ = 0,025 моль/дм^3, готовят следующим образом: 5,5 г уксуснокислого цинка растворяют в стакане в 200 см^3 дистиллированной воды, приливают 5 см^3 ледяной уксусной кислоты, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки колбы и перемешивают.

Квасцы алюмоаммонийные по ГОСТ 4238, титрованный раствор, содержащий 1мг/см^3 оксида алюминия, готовят согласно 7.2.3.3.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и раствор концентрации C(HCl) = 2 моль/дм^3.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117 раствор с массовой долей 20 %, готовят растворением 200 г реактива в 400 $см^3$ дистиллированной воды, фильтруют и доводят объем до 1 $дм^3$ дистиллированной водой.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор с массовой долей 20 %, готовят растворением 200 г реактива в 300 $см^3$ дистиллированной воды, фильтруют и доводят объем дистиллированной водой до 1 $дм^3$.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, растворы с массовой долей 12,5 % и 25 %.

Аммиачный буферный раствор pH = (9–10) готовят следующим образом: смешивают 100 $см^3$ раствора хлористого аммония с массовой долей 20 %, 80 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 25 % и 820 $см^3$ дистиллированной воды.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 2 %.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор массовой долей 1 %.

Ксиленоловый оранжевый (индикатор) по нормативной документации.

Метиловый красный (индикатор) раствор с массовой долей 0,2 % в этаноле.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 55878.

Кислотный хром темно-синий (индикатор), готовят следующим образом: 0,1 г индикатора растирают в ступке с 5 г хлорида натрия или калия.

7.3.3.2 Определение поправочного коэффициента для приведения концентрации раствора трилона Б к точной концентрации 0,025 моль/$дм^3$

Навеску металлического цинка массой 0,15–0,20 г, взятую на аналитических весах, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают 5–7 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, 20 $см^3$ дистиллированной воды, нагревают до кипения и медленно кипятят до полного растворения цинка. После охлаждения раствор доливают до метки колбы дистиллированной водой и перемешивают взбалтыванием.

Пипеткой отбирают 25 $см^3$ полученного раствора в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, добавляют 75 $см^3$ дистиллированной воды, 15 $см^3$ аммиачного буферного раствора и 5 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 25 %, на кончике шпателя добавляют индикатор кислотный хром темно-синий и титруют приготовленным раствором трилона Б до перехода окраски раствора от малиновой к синей.

Титрование проводят не менее трех раз, принимая для расчета среднее арифметическое значение. Поправочный коэффициент K рабочего раствора трилона Б вычисляют по формуле

$$K = \frac{M}{V \cdot B \cdot 0{,}03268 \cdot 0{,}05}, \qquad (3)$$

где M – масса навески цинка, г;

V – объем рабочего раствора трилона Б, израсходованный на титрование аликвотной части раствора, $см^3$;

B – аликвотность;

0,03268 – мг·эквивалент цинка, выраженный в граммах;

0,05 – расчетная эквивалентная концентрация (нормальность) 0,025 М раствора трилона Б.

7.3.3.3 Установка титра раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/$дм^3$ по оксиду алюминия

Титр трилона Б по оксиду алюминия устанавливают по алюмоаммонийным квасцам. Для приготовления титрованного раствора, содержащего 1 мг/$см^3$ оксида алюминия, навеску алюмоаммонийных квасцов массой 8,89 г растворяют при нагревании в 300 $см^3$ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, приливают 5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, охлаждают, доводят его объем до метки колбы дистиллированной водой и перемешивают.

Титр приготовленного раствора определяют гравиметрическим методом.

Для этого пипеткой отбирают три аликвотные части по 50 $см^3$ раствора алюмоаммонийных квасцов и помещают в стаканы вместимостью 400 $см^3$ каждый. В стакан добавляют 15 $см^3$ раствора хлористого аммония с массовой долей 20 %, прибавляют две капли индикатора метилового красного и нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25 % до слабокислой реакции. Затем раствор нагревают до кипения и осаждают алюминий в виде гидроксида [$Al(OH)_3$] раствором аммиака с массовой долей 12,5 % до перехода окраски раствора от розовой к желтой. При этой операции следует избегать избытка аммиака (до слабого запаха аммиака). Стакан с содержимым выдерживают в теплом месте от 10 до15 мин и раствор с осадком фильтруют через фильтр «белая лента» диаметром 11 см. Осадок на фильтре промывают небольшими порциями горячего раствора азотнокислого аммония с массовой долей 2 % до исчезновения реакции в промывной жидкости на хлор-ион (реакция с рас-

твором нитрата серебра в азотнокислой среде). Раствор азотнокислого аммония предварительно нейтрализуют 12,5 %-ным аммиаком по метиловому красному до желтого цвета.

Фильтр с осадком помещают в прокаленный и взвешенный платиновый тигель, подсушивают, ставят в холодную муфельную печь, озоляют при температуре от 400 °С до 500 °С и прокаливают сначала в муфельной печи при температуре (1000 ± 5) °С, затем на горелке с горном или в муфеле при температуре (1200 ± 5) °С до постоянной массы.

Титр раствора алюмоаммонийных квасцов T, выраженный в г/см^3 оксида алюминия, определяют по формуле

$$T = \frac{m}{V}, \quad (4)$$

где m – масса осадка оксида алюминия в аликвотной части раствора, г;

V – объем раствора алюмоаммонийных квасцов, взятый для осаждения, см^3.

Для установки титра 0,025 М раствора трилона Б по оксиду алюминия, бюреткой отбирают 10 см^3 титрованного раствора алюмоаммонийных квасцов в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают из бюретки 15 см^3 0,025 М раствора трилона Б и 10 см^3 раствора уксуснокислого аммония с массовой долей 20 % из цилиндра, и раствор в колбе кипятят 1–2 мин. После охлаждения титруют избыток 0,025 М раствора трилона Б 0,025 М раствором уксуснокислого цинка по индикатору ксиленоловому оранжевому до перехода окраски раствора от желтой к малиновой.

Титр 0,025 М раствора трилона Б T, в г/см^3 оксида алюминия, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{15 - V \cdot K_c} \quad (5)$$

где m – масса оксида алюминия в 10 см^3 титрованного раствора алюмоаммонийных квасцов, определенная гравиметрическим методом, г;

15 – объем раствора трилона Б концентрации C(ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3, взятый в избытке, см^3;

V – объем раствора уксуснокислого цинка концентрации $C[Zn(CH_3COO)_2]$ = 0,025 моль/дм^3, израсходованный на титрование избытка трилона Б, см^3;

K_c – коэффициент соответствия 0,025 М раствора уксуснокислого цинка 0,025 М раствору трилона Б, который устанавливают титрованием 10 см^3 титрованного раствора трилона Б раствором уксуснокислого цинка, добавив 5 см^3 раствора уксуснокислого аммония с массовой долей 20 % (pH = 5-5,5), по индикатору ксиленоловому оранжевому до перехода окраски раствора от желтой к малиновой.

Коэффициент соответствия K_c вычисляют по формуле

$$K_c = \frac{10}{V} \quad (6)$$

где V – объем 0,025 М раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование 10 см^3 0,025 М раствора трилона Б, см^3.

7.3.3.4 Проведение анализа

Из мерной колбы пипеткой отбирают 50 см^3 раствора в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и приливают 25 см^3 дистиллированной воды. Затем раствор в колбе нейтрализуют раствором уксуснокислого аммония с массовой долей 20 % по универсальной индикаторной бумажке до изменения ее цвета от малинового к желтому (pH= 5–5,5), добавляют из бюретки 5 см^3 титрованного раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм^3 и кипятят на электроплитке 1–2 мин. После охлаждения к раствору приливают 10 см^3 уксуснокислого аммония в избытке, прибавляют на кончике шпателя сухой индикатор ксиленоловый оранжевый и окрасившийся в желтый цвет раствор титруют раствором уксуснокислого цинка концентрации 0,025 моль/дм^3 до перехода окраски в ярко-малиновую.

7.3.3.5 Обработка результатов

Массовую долю оксида алюминия $X_{Al_2O_3}$, %, вычисляют по формуле

$$X_{Al_2O_3} = \frac{(V - V_1 - V_2 \cdot K_C) \cdot T \cdot B \cdot 100}{m}, \quad (7)$$

где V – объем раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм^3, взятый в избытке, равный 5 см^3;

V_1– объем раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм^3, израсходованный на титрование оксида железа (III) и диоксида титана в такой же аликвотной части раствора, см^3;

V_2 – объем раствора уксуснокислого цинка концентрации 0,025 моль/дм^3, израсходованный на титрование избытка трилона Б, см^3;

K_c – коэффициент соответствия 0,025 М раствора уксуснокислого цинка 0,025 М раствору трилона Б;

T – титр раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм^3 по оксиду алюминия, г/см^3, 7.3.3.3.

m – масса навески материала, г.

V_1 – объем раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм^3, израсходованный на титрование оксида железа (III) и диоксида титана в такой же аликвотной части раствора

Объем раствора трилона Б V_1, см^3, концентрации 0,025 моль/дм^3, израсходованный на титрование оксида железа (III) и диоксида титана, вычисляют по формуле

$$V_1 = \frac{m}{0{,}002 \cdot K \cdot B}, \quad (8)$$

где m – суммарная масса оксида железа (III) и диоксида титана в навеске, взятой для определения оксида алюминия, г;

0,002 – титр 0,025 М раствора трилона Б по оксиду железа (III) и диоксиду титана, г/см^3;

K – поправочный коэффициент рабочего раствора трилона Б для приведения его концентрации к точно 0,025 М, равный 1;

B – аликвотность, равная 5.

Пример расчета V_1

Если сумма массовых долей оксида железа (III) и диоксида титана, определенных фотометрическим методом, равна 0,2 %, то массу оксида железа (III) и диоксида титана (m) в навеске 0,5 г, взятой для определения оксида алюминия, находят из пропорции:

0,5 г – 100 %

m, г – 0,2 %, отсюда $m = \frac{0{,}2 \cdot 0{,}5}{100} = 0{,}001$ *г*

Затем, по формуле (7), вычисляют объем 0,025 М раствора трилона Б (V_1), связанный с 0,001 г суммы оксида железа (III) и диоксида титана:

$$V_1 = \frac{0{,}001}{0{,}002 \cdot 1 \cdot 5} = 0{,}1$$

7.3.4 Определение массовой доли оксида железа (III)

7.3.4.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные аналитические класса точности II по ГОСТ Р 53228.

Весы технические класса точности III или IIII по ГОСТ Р 53228.

Гири класса F_1 по ГОСТ OIMLR 111-1.

Фотоэлектрический колориметр или спектрофотометр любой марки с длиной волны, соответствующей максимальному пропусканию λ_{max} = 440 нм.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Колбы мерные 2-1000-2; 2-250-2; 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 6-2-15, 6-2-10 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1-25, 1-50 по ГОСТ 1770.

Пипетки Мора 2-2-25, 2-2-50, 2-2-100 по ГОСТ 29169.

Стаканы В-1-400ТС по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-1–250(300)–34 ТСХ по ГОСТ 25336.

Капельница по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Железоаммонийные квасцы по нормативной документации, стандартные растворы, готовят по 7.3.4.2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 20 %, готовят растворением 200 г реактива в 400 $см^3$ дистиллированной воды, фильтруют, доводят объем водой до 1 $дм^3$ и перемешивают.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор концентрации $C(NH_4Cl)$ = 1 моль/$дм^3$, готовят растворением 53,5 г реактива в 200 $см^3$ дистиллированной воды, фильтруют, доводят объем водой до 1 $дм^3$ и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 12,5 %, готовят разбавлением 1:1 аммиака с массовой долей 25 %.

7.3.4.2 Приготовление стандартных растворов

Раствор А. Навеску железоаммонийных квасцов массой 0,604 г, взвешенную на аналитических весах, растворяют в 200 $см^3$ дистиллированной воды, подкисленной 10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, разбавляют водой в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают. Данный раствор содержит 0,1 мг/$см^3$ оксида железа (III).

Раствор Б. Готовят разбавлением раствора А в 10 раз, для чего пипеткой отбирают 100 $см^3$ раствора А, разбавляют его в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ дистиллированной водой и перемешивают. Данный раствор содержит 0,01 мг/$см^3$ оксида железа (III) и используется для построения градуировочного графика в интервале концентраций от 0,01 до 0,10 мг оксида железа (III).

Допускается приготовление стандартных растворов оксида железа (III) из Государственных стандартных образцов.

7.3.4.3 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ каждая отбирают пипетками 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09 и 0,10 мг оксида железа (III). В каждую колбу приливают по 10 $см^3$ раствора хлористого аммония, по 15 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты и по каплям из пипетки добавляют раствор аммиака с массовой долей 12,5 % до появления устойчивого желтого окрашивания плюс еще 3 $см^3$ раствора аммиака в избытке. Объемы растворов в колбах доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность растворов в кюветах толщиной слоя 50 мм при длине волны λ_{max}= 440 нм относительно нулевого раствора, используя фотоколориметр или спектрофотометр любой марки.

По полученным данным строят график зависимости оптической плотности (Д) от концентрации [$C(Fe_2O_3)$] в 100 $см^3$ раствора в координатах $Д=f(C)$, который повторяют при смене реактивов и не реже одного раза в квартал.

7.3.4.4 Проведение анализа

Из мерной колбы пипеткой отбирают 25 $см^3$ анализируемого раствора и помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. В колбу прибавляют от одной до двух капель концентрированной азотной кислоты, раствор кипятят на электроплитке от 1 до 2 мин, охлаждают и приливают все реактивы и в таких же количествах, как при построении градуировочного графика. Затем измеряют оптическую плотность растворов при тех же условиях относительно «холостого» опыта, проведенного через все стадии анализа, и по градуировочному графику находят соответствующие значения концентраций [$C(Fe_2O_3)$] в 100 $см^3$ раствора.

7.3.4.5 Обработка результатов

Массовую долю оксида железа (III) $\left(X_{Fe_2O_3}\right)$, %, вычисляют по формуле

$$X_{Fe_2O_3} = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000}, \quad (9)$$

где C – концентрация оксида железа в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, мг/100 $см^3$;

V – общий объем анализируемого раствора, 250 $см^3$;

V_1 – объем аликвотной части раствора, 25 $см^3$;

1000 – коэффициент пересчета граммов в миллиграммы;

m – масса навески материала, г.

7.3.5 Определение массовой доли диоксида титана

7.3.5.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные аналитические класса точности II по ГОСТ Р 53228.

Весы технические класса точности III или IIII по ГОСТ Р 53228.

Гири класса F_1 по ГОСТ OIMLR 111-1.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева до (350± 5) °С.

Фотоэлектрический колориметр или спектрофотометр любой марки с длиной волны, соответствующей максимальному пропусканию λ_{max} = 440 нм.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Эксикатор 1-180 по ГОСТ 25336, заполненный обезвоженным гранулированным хлористым кальцием.

Кальций хлористый обезвоженный гранулированный по нормативной документации, «чистый».

Стекло часовое по ГОСТ 14183.

Колбы мерные 2-1000-2; 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 6-2-15, 6-2-10 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1-25, 1-50 по ГОСТ 1770.

Пипетки Мора 2-2-10, 2-2-50 по ГОСТ 29169.

Стаканы В-1-200ТС, В-1-400ТС по ГОСТ 25336.

Капельница по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Титана диоксид по нормативной документации, «особой чистоты», стандартные растворы, готовят по 7.3.5.2.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769.

Перекись водорода по ГОСТ 177, раствор с массовой долей 3 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и раствор с массовой долей 5%.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, концентрированная.

7.3.5.2 Приготовление стандартных растворов

Диоксид титана предварительно сушат в течение 1 ч при температуре от 100 °С до 110 °С. После охлаждения в эксикаторе навеску реактива массой 1,0000 г, взвешенную на аналитических весах, помещают в сухой стакан вместимостью 200 $см^3$, в стакан добавляют в 25 г сухого сернокислого аммония и приливают 50 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Стакан закрывают часовым стеклом, ставят на электроплитку со слабым нагревом и выдерживают на плитке до полного растворения навески.

После охлаждения к раствору приливают 30 $см^3$ дистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки колбы раствором серной кислоты с массовой долей 5 % и перемешивают. Титр приготовленного раствора диоксида титана должен быть равным 0,001 г/$см^3$, проверяют весовым методом, осаждая аликвотную часть раствора 50 $см^3$ как полуторные оксиды (см. 7.3.3.3).

Для построения градуировочного графика используют разбавленный в 10 раз раствор. Для этого пипеткой отбирают 10 $см^3$ раствора в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки колбы дистиллированной водой и используют для построения градуировочного графика в интервале концентраций от 0,1 до 0,5 мг диоксида титана.

Титр данного раствора составляет 0,0001 г/$см^3$ диоксида титана или в 1 $см^3$ раствора содержится 0,1 мг диоксида титана.

Допускается приготовление стандартных растворов диоксида титана из Государственных стандартных образцов (ГСО).

7.3.5.3 Построение градуировочного графика

Пипеткой отбирают 0, 1, 2, 3, 4, 5 $см^3$ приготовленного стандартного раствора, что соответствует 0,0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 мг диоксида титана и помещают в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$. Затем в колбы приливают по 20 $см^3$ серной кислоты с массовой долей 5 %, по четыре капли ортофосфорной кислоты и по 10 $см^3$ перекиси водорода, объем в колбах доводят до метки раствором серной кислоты с массовой долей 5 % и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют в кюветах толщиной слоя 50 мм при длине волны λ_{max} = 440 нм относительно нулевого раствора, используя фотоколориметр или спектрофотометр любой марки.

По полученным данным строят градуировочный график прямой зависимости оптической плотности окрашенных растворов (Д) от концентрации [$C(TiO_2)$] в координатах Д = $f(C)$. График проверяют при смене реактивов и не реже одного раза в квартал.

7.3.5.4 Проведение анализа

Из мерной колбы пипеткой отбирают 50 $см^3$ раствора в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, после чего приливают те же реактивы, что и при построении градуировочного графика. Затем измеряют оптическую плотность растворов при тех же условиях относительно «холостого» опыта, прове-

денного через все стадии анализа, и по градуировочному графику находят соответствующие значения концентрации [C(TiO2)]в 100 см^3 раствора.

7.3.5.5 Обработка результатов

Массовую долю диоксида титана X_{TiO_2}, % вычисляют по формуле

$$X_{TiO_2} = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000}, \quad (10)$$

где C – концентрациядиоксида титана в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, мг/100 см^3;

V – общий объем анализируемого раствора, 250 см^3;

V_1 – объем аликвотной части раствора, 25 см^3;

1000 – коэффициент пересчета граммов в миллиграммы;

m – масса навески материала, г.

7.3.6 Определение массовой доли оксида кальция

7.3.6.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Микробюретка вместимостью 2 см^3 с ценой деления 0,01 по ГОСТ 29251.

Цилиндры 1-25, 1-50 по ГОСТ 1770.

Пипетки Мора 2-2-50 по ГОСТ 29169.

Колба коническая Кн-1–250(300)–34 ТСХ по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Трилон Б по ГОСТ 10652, раствор концентрации C(ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/дм^3, готовят по 7.3.3.1.

Натрий гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации C(NaOH) = 2 моль/дм^3.

Глицерин по ГОСТ 6259, раствор с массовой долей 20 % (объмн.).

Триэтаноламин по нормативной документации, «чистый», раствор с массовой долей 10 % (объмн.).

Кислотный хром темно-синий (индикатор), готовят следующим образом: 0,1 г индикатора растирают в ступке с 5 г хлористого натрия или калия.

7.3.6.2 Проведение анализа

Из мерной колбы пипеткой отбирают 50 см^3 раствора и помещают в коническую колбу вместимостью 250 или 300 см^3. Параллельно отбирают «холостую» пробу[1)].

К раствору в колбе приливают 25 см^3 дистиллированной воды, 3 см^3 раствора глицерина, 4 см^3 раствора триэтаноламина и, опустив в раствор кусочек индикаторной бумаги конго, нейтрализуют раствором едкого натра концентрации 2 моль/дм^3 до перехода окраски бумаги от синей к красной, плюс 3 см^3 едкого натра в избытке.

Затем на кончике шпателя прибавляют индикатор кислотный хром темно-синий и окрасившийся в розовый цвет раствор титруют из микробюретки раствором трилона Б концентрации 0,025 моль/дм^3 до перехода окраски в сине-фиолетовую.

7.3.6.3 Обработка результатов

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

$$X_{CaO} = \frac{(V - V_0) \cdot K \cdot T \cdot B \cdot 100}{m} \quad (11)$$

где V_0 – объем раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм^3, израсходованный на титрование «холостой» пробы, см^3;

V – объем раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм^3, израсходованный на титрование ионов кальция, см^3;

K – поправочный коэффициент рабочего раствора трилона Б для приведения его концентрации к точно 0,025 М;

T – титр 0,025 М (точно) раствора трилона Б, выраженный в граммах оксида кальция и равный 0,001402 г/см^3;

[1)] К 50 см^3 дистиллированной воды в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и приливают все реактивы и в таких же количествах, как при определении оксида кальция по 7.3.6.2.

B – аликвотность;

m – масса навески материала, г.

7.3.7 Определение массовой доли оксида магния

7.3.7.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Микробюретка вместимостью 2 $см^3$ с ценой деления 0,01 по ГОСТ 29251.

Цилиндры 1-25, 1-50 по ГОСТ 1770.

Пипетки Мора 2-2-50 по ГОСТ 29169.

Колба коническая Кн-1–250(300)–34 ТСХ по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Трилон Б по ГОСТ 10652, раствор концентрации *C*(ди-Na-ЭДТА) = 0,025 моль/$дм^3$, готовят по 7.3.3.1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 12,5 %.

Аммиачный буферный раствор (pH= 9-10), готовят по 7.3.3.1.

Глицерин по ГОСТ 6259, раствор с массовой долей 20 % (объмн.).

Триэтаноламин по нормативной документации, «чистый», раствор с массовой долей 10 % (объмн.).

Кислотный хром темно-синий (индикатор), готовят следующим образом: 0,1 г индикатора растирают в ступке с 5 г хлористого натрия или калия.

7.3.7.2 Проведение анализа

Из мерной колбы пипеткой отбирают 50 $см^3$ раствора и помещают в коническую колбу вместимостью 250 или 300 $см^3$. В колбу приливают 25 $см^3$ дистиллированной воды, 3 $см^3$ раствора глицерина, 4 $см^3$ раствора триэтаноламина, 10 $см^3$ аммиачного буферного раствора и 10 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 12,5 %, прибавляют на кончике шпателя индикатор кислотный хром темно-синий и титруют из микробюретки раствором трилона Б концентрации 0,025 моль/$дм^3$ до перехода окраски от розовой к сине-фиолетовой.

7.3.7.3 Обработка результатов

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

$$X_{MgO} = \frac{(V_1 - V) \cdot K \cdot T \cdot B \cdot 100}{m} \quad (12)$$

где V_1 – объем раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование суммы ионов кальция и магния, $см^3$;

V – объем раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование ионов кальция, $см^3$;

T – титр 0,025 М (точно) раствора трилона Б, выраженный в граммах оксида магния и равный 0,001008, г/$см^3$;

K, B, m – по 7.3.6.3.

7.4 Определение массовых долей оксидов натрия и калия

7.4.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные аналитические класса точности II по ГОСТ Р 53228.

Весы технические класса точности III или IIII по ГОСТ Р 53228.

Гири класса F_1 по ГОСТ OIMLR 111-1.

Пламенный фотометр модели ПФМ или другой марки.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева до (350± 5) °С.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Чашка платиновая круглодонная со шпателем по ГОСТ 6563.

Колбы мерные 2-1000-2; 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 6-2-5, 6-2-10 по ГОСТ 29227.

Пипетки Мора 2-2-100 по ГОСТ 29169.

Стаканы В-1-50ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-10, 1-25 по ГОСТ 1770.

Воронки В-75-110ХС по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные «синяя лента» диаметром 11 см.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, стандартные растворы, готовят по 7.4.2.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, стандартные растворы, готовят по 7.4.2.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 55878.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, раствор с массовой долей 40 %.

7.4.2 Приготовление стандартных растворов

Для приготовления стандартного раствора оксида натрия на аналитических весах берут навеску массой 2,2918 г сернокислого натрия, высушенного при температуре 200 °С в течение 1 ч, количественно переносят дистиллированной водой в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют, доводят водой до метки колбы и перемешивают.

Для приготовления стандартного раствора оксида калия на аналитических весах берут навеску массой 1,8499 г сернокислого калия, предварительно высушенного при температуре 150 °С в течение 1 ч, далее поступают так же, как при приготовлении стандартного раствора сернокислого натрия. Титр приготовленных стандартных растворов равен 0,001 $г/см^3$.

Для определения массовой доли оксида калия используют разбавленный в 10 раз стандартный раствор. Для этого пипеткой отбирают 100 $см^3$ стандартного раствора сернокислого калия, разбавляют в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ дистиллированной водой и перемешивают.

Примечание – Для удобства, при подборе концентраций рабочих стандартных растворов, титры стандартных растворов сернокислого натрия и сернокислого калия выражают в процентах относительно навески материала массой 0,5000 г. Для сернокислого натрия – 0,2 %, для сернокислого калия – 0,02 %.

Стандартные растворы хранят в полиэтиленовой посуде.

Рабочие стандартные растворы подбирают так, чтобы концентрация анализируемого раствора (X) находилась между известными меньшей (X_1) и большей (X_2) концентрациями рабочих стандартных растворов, т. е. ($X_1 < X < X_2$).

Для приготовления рабочих стандартных растворов пипеткой отбирают соответствующие объемы приготовленных стандартных растворов оксидов натрия и калия, помещают в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, приливают 25 $см^3$ этилового спирта, доводят дистиллированной водой до метки колбы, перемешивают и используют для фотометрирования.

Для определяемых количеств оксида натрия и оксида калия в таблице 1 указаны объемы стандартных растворов сернокислого натрия и сернокислого калия, которые следует отбирать при приготовлении рабочих растворов.

Таблица 1

Массовая доля R_2O относительно навески массой точно 0,5000 г, %	Объем стандартного раствора, содержащего1 мг/$см^3$ Na_2O в 100 $см^3$ рабочего, $см^3$	Объем стандартного раствора, содержащего 0,1 мг/$см^3$ K_2O в 100 $см^3$ рабочего, $см^3$
Для определения массовой доли Na_2O		
0,20	1,0	–
0,40	2,0	–
0,60	3,0	–
0,80	4,0	–
1,00	5,0	–
Для определения массовой доли K_2O		
0,02	–	1,0
0,04	–	2,0
0,06	–	3,0
0,08	–	4,0
0,10	–	5,0

7.4.3 Условия измерения на пламенном фотометре ПФМ

Давление воздуха и давление газа должны поддерживаться постоянными. При изменении одного из этих параметров во время трех последовательных замеров ($У_1 \rightarrow У \rightarrow У_2$) данный параметр корректируется и снова проводят измерения.

Чувствительность (ослабление), диафрагму и Д-ИРИС устанавливают так, чтобы показания микроамперметра для X, X_1 и X_2 находились в диапазоне от 40 до 70 мА.

Рабочие стандартные растворы с меньшей и большей концентрациями соответственно X_1 и X_2, подбирают так, чтобы разность показаний микроамперметра ($У_1 – У$) и ($У_2 – У$) составляла не менее 5 мА, а разность концентраций ($X_2 – X_1$) должна быть не более 0,3 % для оксида натрия и не более 0,06 % для оксида калия относительно точной навески материала 0,5000 г.

При использовании пламенного фотометра другой модели условия измерения должны быть в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

7.4.4 Проведение анализа

Навеску материала массой 0,5 г, взятую в платиновой чашке, увлажняют несколькими каплями воды, приливают 1 $см^3$ серной кислоты, 10 $см^3$ фтористоводородной кислоты, и содержимое чашки выпаривают досуха и прокаливают на открытой электроплитке до полного удаления паров серного ангидрида (SO_3).

К сухому остатку в чашку приливают 20 $см^3$ горячей воды и нагревают на электроплитке до полного растворения щелочей. Затем раствор из чашки количественно переносят горячей водой через воронку в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, кипятят 1 – 2 мин на плитке, охлаждают, приливают 25 $см^3$ этилового спирта, доводят до метки колбы водой и перемешивают. После этого раствор из колбы фильтруют через сухой сдвоенный фильтр «синяя лента» в сухой стакан вместимостью 50 $см^3$, отбрасывая первую порцию фильтрата. Полученный раствор используют для определения оксидов натрия и калия.

Фотометрируют сначала рабочий стандартный раствор с меньшей концентрацией определяемого щелочного элемента, затем анализируемый раствор, затем рабочий стандартный раствор с большей концентрацией.

7.4.5 Обработка результатов

Массовую долю оксида натрия или калия X_{R_2O}, %, вычисляют по формуле

$$X_{R_2O} = \left[X_1 + \frac{(Y - Y_1) \cdot (X_2 - X_1)}{(Y_2 - Y_1)} \right], \quad (13)$$

где X_1 – концентрация R_2O рабочего стандартного раствора с меньшей массовой долей, %;

X_2 – концентрация R_2O рабочего стандартного раствора с большей массовой долей, %;

Y_1 – показания микроамперметра для X_1;

Y – показания микроамперметра для анализируемого раствора;

Y_2 – показания микроамперметра для X_2.

7.5 Обработка результатов полного анализа

За результат полного химического анализа кремнеземного материала ∑ПХА, %, принимают сумму средних из двух параллельных значений каждого определяемого компонента. Сумма полного химического анализа материала должна составлять: ∑ПХА = (100,00 ± 0,20) %.

8 Показатели точности измерений

8.1 За результат анализа по определяемому компоненту принимают среднее арифметическое значение из двух параллельных определений.

8.2 Промежуточные вычисления проводят до третьего знака после запятой, результат округляют до второго знака после запятой.

8.3 Навески материала взвешивают на аналитических весах с погрешностью ±0,0002 г.

8.4 При гравиметрическом определении массовой доли диоксида кремния осадок прокаливают до постоянной массы, т.е. масса при двух последовательных взвешиваниях не должна различаться более чем на 0,0002 г.

8.5 При определении массовой доли оксида натрия или калия, измерения на пламенном фотометре модели ПФМ проводят не менее трех раз, вычисляя средние арифметические значения показаний микроамперметра.

8.6 При построении градуировочных графиков для определения диоксида титана и оксида железа (III) проводят не менее трех измерений для каждой точки, принимая за результат среднее арифметическое значение.

8.7 За результат массовой доли определяемого компонента принимают среднее арифметическое значение из двух параллельных навесок. Допустимые расхождения между результатами параллельных определений приведены в таблице 2.

Таблица 2

Наименование определяемого компонента (формула)	Массовая доля компонента по НД, %	Допустимое расхождение между параллельными определениями, %	Норма точности результата определениямассовой доли компонента, %	Доверительная вероятность
Диоксид кремния (SiO_2)	95,5 ± 1,5	0,30	± 0,50	0,95
Оксид алюминия (Al_2O_3)	3,75± 0,75	0,10	± 0,25	
Оксид натрия(Na_2O)	≤ 1,0	0,05	± 0,33	
Оксид калия(K_2O)		0,008		
∑ примесей	≤ 1,0	–	±0,33	–
Диоксид титана (TiO_2)	0,03-0,10	0,008	–	0,95
Оксид железа (III)(Fe_2O_3)	0,03-0,10	0,008		
Оксид кальция (CaO)	0,15-0,30	0,02		
Оксид магния (MgO)	0,02-0,10	0,02		

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующие данные:

- наименование изготовителя и его товарный знак;
- ссылка на настоящий национальный стандарт;
- все детали, необходимые для идентификации испытанного продукта из кремнеземного материала;
- дата и место проведения испытаний;
- количество проб для испытаний;
- результаты полного химического анализа по каждому определяемому показателю, полученные как среднее арифметическое двух результатов;
- любые технологические детали, не оговоренные в настоящем национальном стандарте, и любые обстоятельства, могущие повлиять на полученные результаты;
- фамилию лица, проводившего испытания.

УДК 621.315.14:006.354 ОКС 59.100.10 ОКП 351000

Ключевые слова: стекловолокнистые материалы, кремнеземные материалы, методы испытаний, определение химического состава

Подписано в печать 02.03.2015. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 2,33. Тираж 31 экз. Зак. 1139.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru