ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ СБОРНИК

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

gost.e-ecolog.ru



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Издание официальное

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва — 1975

УДК 666.76(083.74)

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Огнеупоры и огнеупорные изделия» содержит стандарты, утвержденные до 1 декабря 1974 г.

В стандарты внесены все изменения, принятые до указанного срока. Около номера стандарта, в который внесено изменение, стоит знак *.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в выпускаемом ежемесячно «Информационном указателе стандартов».

© Издательство стандартов, 1975

Группа И29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

Методы химического анализа доломитов, магнезитов и изделий из них, талько-магнезитов, дунитов, форстеритовых огнеупоров

Refractory materials and products. Methods of chemical analysis of dolomites, magnesites and products from them, talc-magnesites, dunites, forsterite refractories

ГОСТ 2642.3—71

Взамен ГОСТ 2642—60 в части разд. IV и VI

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 12/XI 1971 г. № 1864 срок введения установлен

с 1/I 1973 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на доломиты, магнезиты и изделия из них, талько-магнезиты, дуниты, форстеритовые огнеупоры и устанавливает методы химического анализа.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2642.0—71.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОТЕРИ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ

2.1. Потери при прокаливании определяют, как указано в разд. 3 ГОСТ 2642.1—71.

2.2. Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать:

0,10 абс.% — при потере массы при прокаливании до 1,0%;

0,20 абс.% — при потере массы при прокаливании свыше 1,0 до 5,0%;

0,30 абс.% — при потере массы при прокаливании до 50% (в сырых материалах).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ

3.1. Весовой метод

3.1.1. *Сущность метода*

Метод основан на определении содержания двуокиси кремния весовым методом после растворения пробы в кислоте или разложении сплавлением с углекислым натрием. Кремниевую кислоту обезвоживают в соляно-кислой среде, отфильтровывают и прокаливают, отгоняя ее в виде четырехфтористого кремния.

3.1.2. *Реактивы и растворы*

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

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—73, 40%-ный раствор.

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

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—65.

3.1.3. *Проведение анализа*

Навеску пробы 0,5 г помещают в фарфоровую чашку, накрывают ее часовым стеклом и приливают осторожно 30 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и несколько капель азотной кислоты.

При анализе талько-магнезитов, дунитов, форстеритов 0,5 г пробы помещают в платиновый тигель и сплавляют с 5—7 г безводного карбоната натрия при 950—1000° С. Сплав разлагают 50 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, в фарфоровой чашке.

Чашку с полученным раствором помещают на кипящую водяную баню и выпаривают досуха до удаления соляной кислоты (по запаху). Сухой остаток в чашке смачивают 5—10 мл концентрированной соляной кислоты и снова выпаривают до удаления запаха соляной кислоты.

Чашку с сухим остатком нагревают в сушильном шкафу при 115° С в течение 1 ч. После остывания в чашку приливают 20 мл концентрированной соляной кислоты, выдерживают 10 мин, приливают 50—60 мл горячей воды и отфильтровывают осадок на фильтр «белая лента» диаметром 9 см. Осадок на фильтре промывают несколько раз горячей соляной кислотой, разбавленной 5 : 95, а затем горячей водой до полного исчезновения ионов хлора в промывной воде (отсутствие реакции с 1%-ным раствором азотнокислого серебра).

Фильтр с отмытым осадком кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, озоляют фильтр, а осадок прокаливают при 1000° С в течение 40—60 мин. Прокаливание повторяют по 10 мин до получения постоянной массы. Осадок смачивают водой, приливают 0,5 мл концентрированной серной кислоты и 5—7 мл

40%-ной фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля выпаривают досуха на закрытой электроплитке.

Остаток в тигле прокаливают 10—15 мин при 1000—1100° С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают, затем сплавляют с 2—3 г пиросульфата калия. Остывший сплав растворяют в соляной кислоте и присоединяют к фильтрату, полученному после выделения кремниевой кислоты (раствор I).

3.1.4. *Подсчет результатов анализа*

3.1.4.1. Содержание двуокиси кремния (X) в процентах вычисляют по формуле:

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

где

g — масса тигля с прокаленным осадком кремниевой кислоты в г;

g_1 — масса тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой в г;

G — навеска пробы в г.

3.1.4.2. Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать:

0,20 абс.% — при содержании двуокиси кремния до 10,0%;

0,30 абс.% — при содержании двуокиси кремния свыше 10,0%.

3.2. Фотоколориметрический метод (при содержании двуокиси кремния от 0,3 до 6,0%)

3.2.1. *Сущность метода*

Метод основан на измерении величины оптической плотности синего кремнемолибденового комплекса. В качестве восстановителя применяют аскорбиновую кислоту.

3.2.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Фотоэлектроколориметр.

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

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

Натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199—66.

Калий углекислый (поташ) по ГОСТ 4221—65.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61—69, разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66, 0,25 н раствор.

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815—54.

Кислота винная (виннокаменная кислота) по ГОСТ 5817—69.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—72, х. ч., 5%-ный раствор; готовят следующим образом: 50 г молибдата аммония

растворяют в 500—600 мл воды при нагревании, не доводя до кипения. Полученный раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», прибавляют 100 мл уксусной кислоты, разбавленной 1 : 1, и доводят водой до 1000 мл. Если после прибавления уксусной кислоты раствор станет мутным, его еще раз фильтруют. Раствор хранят в темной склянке, он пригоден в течение недели.

Восстановительная смесь; готовят следующим образом: 15,0 г винной кислоты и 1,0 г аскорбиновой кислоты растворяют на холоду в 100 мл воды. Раствор пригоден в течение 4—5 дней.

Стандартный раствор двуокиси кремния готовят из стандартного образца магнезитового кирпича № 82. Навеску образца 0,25 г сплавляют при 950—1000° С с 3—5 г смеси для сплавления в течение 20—25 мин. Сплав распределяют тонким слоем по стенкам тигля. Тигель с остывшим сплавом опускают в стакан, в который предварительно налито 60 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 3. Растворяют сплав на холоду. Полученный прозрачный раствор сразу же переводят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор следует хранить в полиэтиленовом сосуде.

1 мл стандартного раствора содержит 0,0000167 г двуокиси кремния.

3.2.3. *Проведение анализа*

Навеску пробы 0,25 г смешивают с 3—5 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при 950—1000° С в течение 20—25 мин. Остывший сплав опускают в стакан, в который предварительно налито 60 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 3.

Полученный раствор сразу же переводят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Для определения содержания двуокиси кремния в мерную колбу вместимостью 100 мл отбирают аликвотную часть исходного раствора, равную 100 мл, приливают 50 мл 0,25 н раствора серной кислоты, 10 мл 5%-ного раствора молибдата аммония и оставляют на 15—20 мин, затем приливают 5 мл восстановительной смеси, перемешивают, доводят до метки водой, снова перемешивают и через 30 мин измеряют оптическую плотность синего кремнемолибденового комплекса на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реактивы.

Количество двуокиси кремния находят по калибровочному графику.

Построение калибровочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 мл отбирают аликвотные части стандартного раствора двуокиси кремния: 2,0; 4,0; 6,0;

8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0; 18,0; 20,0 мл, что соответствует 0,0000334; 0,0000668; 0,0001002; 0,0001336; 0,000167; 0,0002004; 0,0002338; 0,0002672; 0,0003006; 0,000334 г двуокиси кремния. Во все колбы прибавляют мерным цилиндром по 50 мл 0,25 н раствора серной кислоты, по 10 мл 5%-ного раствора молибдата аммония и оставляют на 15—20 мин. После этого прибавляют по 5 мл восстановительной смеси и через 30 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной слоя 10 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им концентрациям двуокиси кремния строят калибровочный график.

3.2.4. *Подсчет результатов анализа*

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

$$X_1 = \frac{g \cdot 250 \cdot 100}{v \cdot G},$$

где

g — количество двуокиси кремния, найденное по калибровочному графику, в г;

250 — исходный объем раствора в мл;

v — аликвотная часть раствора в мл;

G — навеска пробы в г.

3.2.4.2. Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать 0,15 абс.% — при содержании двуокиси кремния от 0,3 до 6,0%.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ ЖЕЛЕЗА

4.1. Фотоколориметрический метод (при содержании окиси железа до 2,5%)

Содержание окиси железа определяют, как указано в п. 6.1 ГОСТ 2642.1—71.

4.2. Объемный метод

4.2.1. *Сущность метода*

Содержание окиси железа определяют прямым титрованием его в растворе трилоном Б в присутствии сульфосалициловой кислоты в качестве индикатора.

4.2.2. *Реактивы и растворы*

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

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

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

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

Индикаторная бумага конго.

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

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

Титр трилона Б устанавливают, как указано в п. 6.2.2 ГОСТ 2642.1—71.

Уротропин фармакопейный, 30%-ный раствор.

4.2.3. *Проведение анализа*

В раствор I приливают 10—15 мл 25%-ного раствора хлористого аммония и нейтрализуют аммиаком до изменения окраски бумаги конго, затем приливают 15—20 мл 30%-ного раствора уротропина и нагревают раствор с осадком на электроплитке при 70—80° С в течение 15—20 мин до получения прозрачного раствора над осадком.

Раствор фильтруют через фильтр «красная лента» диаметром 9—11 см, собирают фильтрат в мерную колбу вместимостью 500 мл (раствор II). Этот фильтрат в дальнейшем используют для определения содержания окисей кальция и магния.

Осадок полуторных окислов промывают 5—6 раз горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония и растворяют на фильтре в 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, которую нагревают в стакане, где велось осаждение.

Раствор полуторных окислов собирают в мерную колбу вместимостью 250 мл (раствор III) и используют для определения содержания окисей железа, алюминия и двуокиси титана.

Для определения содержания окиси железа отбирают 100 мл раствора III в коническую колбу вместимостью 300 мл и далее анализ проводят, как указано в п. 6.2.3 ГОСТ 2642.1—71.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ

5.1. Объемный комплексонометрический метод с индикатором ПАН (при содержании окиси алюминия до 3,0%)

5.1.1. *Сущность метода*

Метод основан на обратном комплексонометрическом титровании избытка трилона Б раствором сернокислой меди с индикатором ПАН после определения содержания окиси железа.

5.1.2. *Реактивы и растворы*

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

Индикаторная бумага конго.

Ацетатный буферный раствор, приготовленный как указано в п. 8.2 ГОСТ 2642.1—71.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—68, 0,1 н раствор, готовят как указано в п. 8.2 ГОСТ 2642.1—71.

Индикатор [1-(2-пиридил-азо)-нафтол-2] (ПАН), 0,02%-ный спиртовой раствор.

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

Установка титра раствора трилона Б по окиси алюминия.

В коническую колбу вместимостью 300 мл помещают 10 мл стандартного раствора хлористого алюминия, приливают 70—100 мл воды, 2—3 мл соляной кислоты и 25 мл раствора трилона Б. Раствор в колбе нагревают до 70—80° С, нейтрализуют раствором аммиака до изменения окраски бумаги конго, приливают 10—15 мл ацетатного буферного раствора с pH 4,8—5,0, 5—7 капель раствора индикатора ПАН и титруют избыток раствора трилона Б раствором сернокислой меди до перехода окраски раствора из желто-зеленой в сине-фиолетовую.

Титр раствора трилона Б (T), выраженный в граммах окиси алюминия, вычисляют по формуле:

$$T = \frac{10 \cdot T_1}{V - V_1 \cdot K},$$

где

T_1 — титр стандартного раствора хлористого алюминия, выраженный в граммах окиси алюминия;

10 — объем стандартного раствора хлористого алюминия в мл;

V — объем раствора трилона Б, взятый с избытком, в мл;

V_1 — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование, в мл;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди.

5.1.3. *Проведение анализа*

В аликвотную часть раствора III, полученного после определения содержания окиси железа (п. 4.2.3) прибавляют 15—20 мл 0,05 н раствора трилона Б, нагревают до 70—80° С и нейтрализуют аммиаком до изменения окраски бумаги конго в слабо-розовый цвет, затем приливают 10—15 мл ацетатного буферного раствора, 5—7 капель индикатора ПАН и избыток раствора трилона Б титруют 0,1 н раствором сернокислой меди до перехода окраски раствора из желто-зеленой в сине-фиолетовую.

5.1.4. *Подсчет результатов анализа*

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

$$X_2 = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot 250 \cdot 100 \cdot T}{100 \cdot G},$$

где

V — объем раствора трилона Б, взятый с избытком, в мл;

V_1 — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование, в мл;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

250 — исходный объем раствора в мл;

100 — аликвотная часть раствора в мл;

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

G — навеска пробы в г.

5.1.4.2. Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать 0,20 абс.%.

Объемный комплексонометрический метод определения содержания окиси алюминия является арбитражным.

5.2. Объемный комплексонометрический метод с индикатором ксиленоловым оранжевым (метод соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 600—66)

5.2.1. *Сущность метода*

Метод основан на переведении ионов алюминия в алюминаты и обратном комплексонометрическом титровании избытка раствора трилона Б уксуснокислым цинком с индикатором ксиленоловым оранжевым.

5.2.2. *Реактивы и растворы*

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 и разбавленная 1 : 1.

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

Уротропин фармакопейный.

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

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823—69, 0,05 н раствор; готовят следующим образом: 10,972 г уксуснокислого цинка растворяют в дистиллированной воде, прибавляют 2 мл уксусной кислоты и доводят водой до 1 л.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—69.

Ацетатный буферный раствор; готовят следующим образом: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1 л воды и после растворения вводят 100 мл уксусной кислоты.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—68.

Ксиленоловый оранжевый; готовят следующим образом: 0,1 г ксиленолового оранжевого растирают в ступке с 10,0 г хлористого натрия.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—66.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—66, насыщенный раствор.

Индикаторная бумага конго.

5.2.3. *Проведение анализа*

Для определения содержания окиси алюминия берут аликвотную часть раствора III, равную 100 мл, помещают ее в стакан, прибавляют 10—15 мл 50%-ного раствора едкого натрия, нагревают до кипения и кипятят 5 мин.

Осадок отделяют фильтрованием от раствора, содержащего алюминат-ионы, фильтрат собирают в коническую колбу вместимостью 500 мл. Осадок промывают несколько раз горячей водой. Раствор подкисляют соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, до окрашивания бумаги конго в синий цвет. В полученный раствор приливают раствор трилона Б с избытком, вводят 0,10—0,15 г индикаторной смеси и кипятят 3 мин. После охлаждения раствор нейтрализуют аммиаком до перехода окраски индикатора из желтой в красно-фиолетовую. Затем к раствору прибавляют 3—5 г уротропина и по каплям соляную кислоту, разбавленную 1 : 1, до окрашивания раствора в желтый цвет (pH 5,5), после этого раствор кипятят 3 мин, охлаждают до комнатной температуры, разбавляют до 250 мл водой и избыток раствора трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка до красно-фиолетовой окраски. Если раствор перед титрованием имеет фиолетовую окраску, то прибавляют несколько капель уксусной кислоты до пожелтения раствора.

В оттитрованный раствор прибавляют 30 мл насыщенного раствора фтористого натрия и кипятят 3 мин. Перед добавлением раствор фтористого натрия подкисляют уксусной кислотой с индикатором ксиленоловым оранжевым до окрашивания раствора в желтый цвет.

Количество раствора трилона Б, освободившееся после разрушения трилоната алюминия и эквивалентное алюминию, оттитровывают после охлаждения раствором уксуснокислого цинка, как указано выше.

Для установления соотношения между раствором трилона Б и уксуснокислого цинка (K_1) к 25 мл раствора уксуснокислого цинка прибавляют 10 мл буферного раствора, индикатор ксиленоловый оранжевый и титруют раствором трилона Б до перехода красной окраски в желтую.

5.2.4. *Подсчет результатов анализа*

Содержание окиси алюминия (X_3) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_3 = \frac{V \cdot K_1 \cdot T \cdot 250 \cdot 100}{G \cdot v_1},$$

где

V — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование раствора трилона Б, освободившегося после разрушения трилоната алюминия, в мл;

K_1 — соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка;

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

250 — исходный объем раствора в мл;

v_1 — аликвотная часть раствора в мл;

G — навеска пробы в г.

6. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА

(при содержании двуокиси титана до 1,0%)

Для определения содержания титана берут аликвотную часть 100 мл раствора III и проводят анализ, как указано в разд. 7 ГОСТ 2642.1—71.

Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать 0,10 абс.%

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ

7.1. Объемный перманганатометрический метод

7.1.1. *Сущность метода*

Метод основан на осаждении кальция в виде щавелевокислой соли с последующим растворением ее в серной кислоте и титровании образовавшейся щавелевой кислоты перманганатом калия. Осадок щавелевокислого кальция освобождают от загрязнения магнием путем переосаждения.

7.1.2. *Реактивы и растворы*

Применяются реактивы и растворы, указанные в п. 9.1.2 ГОСТ 2642.1—71.

7.1.3. *Проведение анализа*

Аликвотную часть раствора II, равную 200 мл, помещают в стакан, выпаривают до 120—150 мл, подкисляют соляной кислотой

по метиловому оранжевому, доводят до кипения, приливают при перемешивании 20—45 мл насыщенного раствора щавелевокислого аммония и снова нейтрализуют аммиаком до окрашивания раствора в желтый цвет, затем кипятят 1—2 мин и выдерживают на теплом месте не более 30 мин (во избежание осаждения большого количества магния).

Осадок щавелевокислого кальция в пробах доломитов и магнезиально-известковых материалов оставляют на 4 ч при комнатной температуре, при анализе магнезитов и талько-магнезитов этот осадок оставляют до следующего дня (на 12—15 ч).

Осадок щавелевокислого кальция отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 2—3 раза холодной водой и растворяют на фильтре горячей соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, в тот же стакан, в котором велось осаждение.

К полученному раствору приливают 70—100 мл воды, нагревают до кипения, приливают 5 мл насыщенного раствора щавелевокислого аммония, нейтрализуют аммиаком, как при первом осаждении, и доводят до кипения.

Раствор с выпавшим осадком снимают с электроплитки и оставляют при комнатной температуре на 2 ч.

Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» диаметром 9 см, промывают водой, затем проверяют на полноту отмывания ионов щавелевой кислоты в промывных водах следующим образом: в пробирку отбирают примерно 2 мл фильтрата, добавляют 2—3 капли серной кислоты, каплю 0,1 н раствора марганцовокислого калия и нагревают до 70—80° С. Если ионы отмыты полностью, то раствор должен остаться розовым.

Фильтр с промытым осадком помещают в стакан, в котором велось осаждение и в который предварительно налито 100 мл 5%-ного раствора серной кислоты. Нагревают содержимое стакана до 80° С и титруют 0,1 н раствором марганцовокислого калия до неисчезающей в течение 1 мин розовой окраски.

7.1.4. *Подсчет результатов анализа*

7.1.4.1. Содержание окиси кальция (X_4) в процентах вычисляют по формуле:

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

где

V — объем 0,10 н раствора марганцовокислого калия в мл;

T — титр 0,10 н раствора марганцовокислого калия, выраженный в граммах окиси кальция;

G — навеска пробы в г.

7.1.4.2. Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать:

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

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

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

Объемный перманганатометрический метод определения содержания окиси кальция является арбитражным.

7.2. Объемный комплексонометрический метод (метод соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 600—66)

Для определения содержания окиси кальция берут аликвотную часть раствора II, равную 100 мл, и анализ ведут как указано в п. 9.2 ГОСТ 2642.1—71.

8. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЗАКИСИ МАРГАНЦА

(при содержании закиси марганца до 1%)

Содержание закиси марганца определяют, как указано в разд. 13 ГОСТ 2642.1—71.

Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать 0,10 абс.%.

9. ОБЪЕМНЫЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ МАГНИЯ

9.1. Сущность метода

В основу метода положено комплексонометрическое определение содержания окиси кальция и магния с индикатором ПАН. Содержание окиси магния определяют по разности после определения содержания окиси кальция.

9.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67, разбавленная 1 : 1.

Уротропин фармакопейный, 30%-ный раствор.

Калия гидрат окиси (кали едкое) по ГОСТ 4203—65, 20%-ный раствор.

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

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

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

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

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

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

Аммиачный буферный раствор с pH 10; готовят следующим образом: 67,5 г хлористого аммония растворяют в воде, приливают 570 мл 25%-ного водного раствора аммиака и доводят водой до 1 л.

Индикаторная бумага конго.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

Магний сернокислый, фиксанал по ГОСТ 4523—67.

9.3. Проведение анализа

Навеску пробы 0,5 г растворяют при нагревании в 40 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, с добавлением нескольких капель азотной кислоты. В случае неполного растворения пробы остаток сплавляют с безводным углекислым натрием.

Приливают 10—15 мл 25%-ного раствора хлористого аммония и осаждают уротропином сумму полуторных окислов, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 500 мл (раствор IV). Осадок промывают горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония 5—6 раз.

Для определения содержания суммы окисей кальция и магния в коническую колбу вместимостью 300 мл отбирают 100 мл (для сырых доломитов и магнезитов) или 50 мл (для изделий из доломита и магнезита) раствора IV или раствора II, приливают 0,05 н раствора трилона Б с избытком, 10—15 мл аммиачного буферного раствора с pH 10, 5—7 капель 0,2%-ного спиртового раствора индикатора ПАН и оттитровывают избыток раствора трилона Б раствором сернокислой меди до перехода окраски из желто-зеленой в сине-фиолетовую.

9.4. Подсчет результатов анализа

9.4.1. Содержание окиси магния (X_5) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_5 = \left[\frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot 500}{v_2 \cdot G} - \frac{X_4}{100 \cdot T}\right] \cdot T_1 \cdot 100,$$

где

V — объем раствора трилона Б, взятый с избытком, в мл;

V_1 — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование, в мл;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

500 — исходный объем раствора в мл;

v_2 — аликвотная часть раствора в мл;

G — навеска пробы в г;

X_4 — содержание окиси кальция в пробе в %;

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

T_1 — титр раствора трилона Б, выраженный в граммах окиси магния.

9.4.2. Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать:

0,30 абс.% — при содержании окиси магния до 50%;

0,40 абс.% — при содержании окиси магния свыше 50%.

Замена

ГОСТ 3761—72 введен взамен ГОСТ 3761—65.
ГОСТ 3765—72 введен взамен ГОСТ 3765—64.
ГОСТ 3773—72 введен взамен ГОСТ 3773—66.
ГОСТ 10652—73 введен взамен ГОСТ 10652—63.

Огнеупоры и огнеупорные изделия

Редактор *С. Г. Вилькина*
Переплет художника *А. М. Поташева*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректоры *Г. М. Фролова* и *Т. А. Камнева*

Сдано в набор 29.03.74 Подп. в печ. 27.01.75
Формат издания 60×90¹/₁₆ Бумага тип. № 3 42 п. л. 36,5 уч.-изд. л.
Тир. 40 000 (2-й завод 20 001—40 000) Изд. № 3638/02 Цена 1 р. 94 к.

Издательство стандартов. Москва, Д-22, Новопресненский пер., 3

Великолукская городская типография управления издательств, полиграфии и книжной торговли Псковского облисполкома, г. Великие Луки, Половская, 13. Зак. 505

gost.e-ecolog.ru