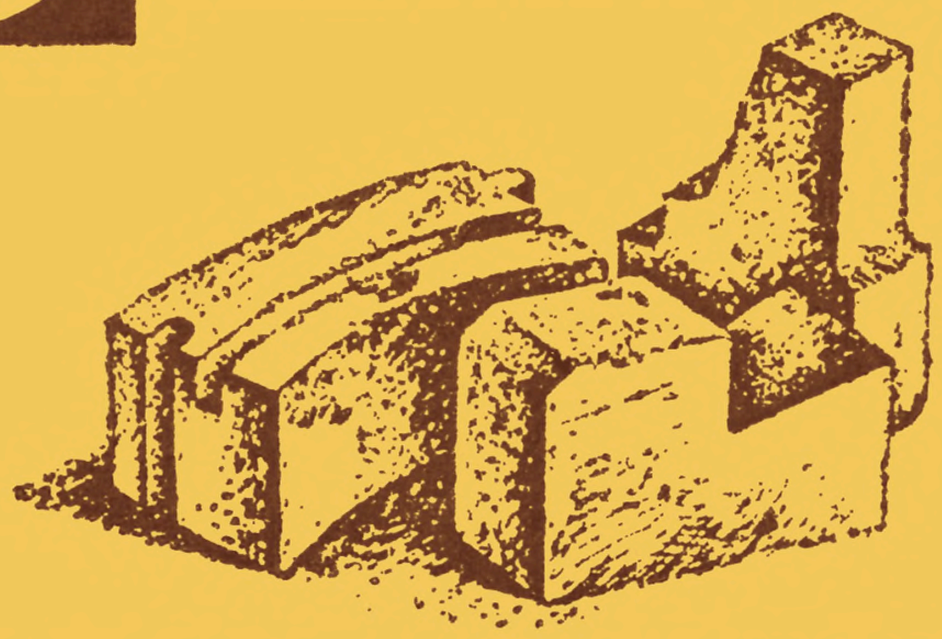
ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ СБОРНИК



ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

ЧАСТЬ 3

gost.e-ecolog.ru



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ОГНЕУПОРЫ
И ОГНЕУПОРНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Часть 3

Издание официальное

Москва
ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
1988

УДК 666.76.001.4 : 006.354

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Огнеупоры и огнеупорные изделия» часть 3 содержит стандарты, утвержденные до 1 ноября 1987 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 «Государственные стандарты СССР».

0 $\frac{31011}{085(02)-88}$ 88

© Издательство стандартов, 1988

Группа И29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕ

Метод определения содержания окислов кальция и магния

ГОСТ 20300.7—74

Baddeleyite—corundum refractories. Method for the determination of calcium and magnesium oxide content

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25.11 1974 г. № 2597 срок введения установлен

с 01.01.76

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 18.12.84 № 4610 срок действия продлен

до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорные бадделеито-корундовые изделия и устанавливает комплексонометрический метод определения содержания окислов кальция и магния (при массовой доле окиси кальция и магния до 0,5%).

Метод основан на титровании трилоном Б ионов кальция при pH 12 и ионов магния при pH 9—10 с индикатором кислотным хром темно-синим.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20300.1—74.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Чашка платиновая по ГОСТ 6563—75.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, 40%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 2 н. раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25%-ный раствор.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Метиловый красный, 0,2%-ный спиртовой раствор.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962—67.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Аммоний азотнокислый, 2%-ный раствор, к которому добавляют аммиак до слабощелочной реакции по метилроту.

Уротропин фармакопейный, 0,5 и 30%-ный растворы.

Сахар рафинад по ГОСТ 22—78, 2%-ный раствор.

Натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77, 2 н. раствор; готовят следующим образом: в стакан вместимостью 350 см³ отвешивают на технических весах 8 г гидроокиси натрия и приливают воды до 100 см³. После полного растворения и перемешивания раствор переливают в полиэтиленовую склянку.

Аммиачный буферный раствор pH 10; готовят следующим образом: навеску хлористого аммония массой 20 г растворяют в небольшом количестве воды, добавляют 100 см³ 25%-ного раствора аммиака и разбавляют водой до 1 дм³.

Сернокислый магний; 0,01 н. раствор; готовят из фиксанала.

Трилон Б, 0,05 н. титрованный раствор; готовят, как указано в разд. 2 ГОСТ 20300.3—74. Титр раствора трилона Б устанавливают, пользуясь 0,01 н. фиксаналом сернокислого магния, следующим образом: в три конические колбы вместимостью по 250 см³ отмеряют пипеткой по 50 см³ 0,01 н. раствора сернокислого магния, по 10 см³ аммиачного буферного раствора, по 10 капель раствора индикатора кислотного хрома темно-синего и последовательно титруют 0,05 н. раствором трилона Б, приливая его из бюретки по каплям, при энергичном перемешивании раствора. Титрование считают законченным, если цвет раствора переменится из малиново-красного в неизменяющийся синий. Отмечают количество трилона Б, израсходованное на титрование раствора каждой из колб, и вычисляют средний коэффициент нормальности 0,05 н. раствора трилона Б по формуле

$$K = \frac{50 \cdot 1}{5 \cdot v_{ср}},$$

где 50 — количество 0,01 н. раствор фиксанала сернокислого магния, см³;

1 — коэффициент нормальности 0,01 н. раствора фиксанала сернокислого магния;

$v_{ср}$ — среднее (из трех) количество 0,05 н. раствора трилона Б, израсходованное на титрование проб раствора сернокислого магния, см³;

5 — множитель для приведения растворов сернокислого магния и трилона Б к одной нормальности.

Бумажка конго.

Кислотный хром темно-синий индикаторный раствор; готовят следующим образом: навеску индикатора массой 0,15 г растворяют в 5 см³ буферного раствора и добавляют 20 см³ этилового спирта.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску пробы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой и смешивают с 2,5 см³ концентрированной серной кислоты и 7—10 см³ 40%-ного раствора фтористоводородной кислоты. Смесь выпаривают на воздушной бане, нагревая ее до выделения паров серной кислоты. Когда содержимое чашки превратится в сиропообразную массу и будет застывать после снятия с бани, нагревание прекращают. После чего в чашку, до половины ее, наливают горячую воду, добавляют 3 см³ концентрированной соляной кислоты и, перемешивая стеклянной палочкой, при осторожном нагревании на электрической плитке, частично растворяют остаток от разложения огнеупора. Раствор с нерастворяющимся остатком переносят в стакан и ополаскивают чашку несколько раз горячей водой. Затем в стакан добавляют воду до 50—75 см³ и 3—5 капель концентрированной азотной кислоты. Раствор кипятят 2—3 мин, чтобы все сернокислые соли кальция и магния полностью растворились. После этого при перемешивании стеклянной палочкой раствор с остатком нейтрализуют 25%-ным раствором аммиака по 0,2%-ному спиртовому раствору метилрота. Аммиак приливают до тех пор, пока цвет раствора из розового не станет желтым. После чего раствор нагревают до кипения и осторожно кипятят в течение 1—2 мин, продолжая перемешивать, и затем выдерживают на водяной бане 10—15 мин. Допускается применение уротропина для осаждения полуторных окислов.

После свертывания осадка раствор фильтруют в горячем состоянии через фильтр «белая лента» и промывают осадок горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония. Ополаскивают стакан 5—6 раз небольшими порциями раствора азотнокислого аммония и сливают его через фильтр. Далее осадок промывают на фильтре еще 5—6 раз небольшими порциями такого же раствора. Фильтрат вместе с промывными водами частями переносят в фарфоровую чашку и ставят на водяную баню для выпаривания. После того, как раствор выпарится и останется остаток, чашку осторожно переносят на электрическую плитку. Чтобы избежать разбрызгивания, чашку ставят на электрическую плитку до прекращения выделения белых паров, а затем на 10—15 мин в муфельную печь, нагретую до 400—500° С, для полного удаления солей аммония. После удаления аммонийных солей чашку охлаждают. Затем, добавив 1 см³ концентрированной соляной кислоты и немного воды, кипятят раствор и переносят его в коническую колбу вместимостью 250 см³. Добавив воды приблизительно до объема 100 см³, еще раз кипятят раствор, снова его охлаждают и последовательно определяют в нем окиси кальция и магния.

Прибавив в раствор 2 см³ 2%-ного раствора сахара, осторож-

но нейтрализуют 2 н. раствором гидроокиси натрия до покраснения бумажки Конго, после чего приливают 5 см³ гидроокиси натрия в избыток. Хорошо перемешав раствор, выдерживают его 1—2 мин для формирования осадка гидроокиси магния. Затем приливают 10 капель индикаторного раствора кислотного хром темно-синего и сразу же титруют 0,05 н. раствором трилона Б до перехода цвета испытуемого раствора из малиново-красного в неизменяющийся сине-фиолетовый. Отмечают количество раствора трилона Б, израсходованное на титрование кальция.

После титрования кальция добавляют в испытуемый раствор 5 см³ 2 н. раствора соляной кислоты до полного растворения гидроокиси магния и хорошо перемешивают. Стенки колбы обмывают небольшим количеством воды. Индикатор при этом меняет цвет на розовый. Бумажка Конго при опускании в раствор должна оставаться красной. Если же бумажка посинеет, то следует добавить в раствор по каплям 2 н. раствор гидроокиси натрия до покраснения бумажки. Затем вводят 10 см³ аммиачного буферного раствора и продолжают титрование 0,05 н. раствором трилона Б до перехода цвета испытуемого раствора из розового в неизменяющийся фиолетово-синий. Отмечают количество раствора трилона Б, израсходованное на титрование магния.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{v \cdot K \cdot 0{,}0014 \cdot 100}{m},$$

где v — количество 0,05 н. раствора трилона Б, израсходованное на титрование окиси кальция, см³;

K — коэффициент нормальности 0,05 н. раствора трилона Б;

0,0014 — количество окиси кальция, соответствующее 1 см³ точно 0,5 н. раствора трилона Б, г;

m — масса пробы, г.

4.2. Массовую долю окиси магния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{v_1 \cdot K \cdot 0{,}001008 \cdot 100}{m},$$

где v_1 — количество 0,05 н. раствора трилона Б, израсходованное на титрование окиси магния, см³;

K — коэффициент нормальности 0,05 н. раствора трилона Б;

0,001008 — количество окиси магния, соответствующее 1 см³ точно 0,05 н. раствора трилона Б, г;

m — масса пробы, г.

4.3. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,1 абс. %.

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 2211—65	Изделия, сырье и материалы огнеупорные. Методы определения плотности	3
ГОСТ 2409—80	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения водопоглощения, кажущейся плотности, открытой и общей пористости	9
ГОСТ 2642.0—86	Материалы и изделия огнеупорные. Общие требования к методам анализа	15
ГОСТ 2642.1—86	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения гигроскопической влаги	19
ГОСТ 2642.2—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения потери массы при прокаливании	21
ГОСТ 2642.3—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения двуокиси кремния	25
ГОСТ 2642.4—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси алюминия	48
ГОСТ 2642.5—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси железа	73
ГОСТ 2642.6—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения двуокиси титана	91
ГОСТ 2642.7—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси кальция	99
ГОСТ 2642.8—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси магния	115
ГОСТ 2642.9—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси хрома	128
ГОСТ 2642.10—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения пятиокиси фосфора	137
ГОСТ 2642.11—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окисей калия и натрия	141
ГОСТ 2642.12—86	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения закиси марганца	147
ГОСТ 2642.13—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси бора	150
ГОСТ 2642.14—86	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения двуокиси циркония	154
ГОСТ 4069—69	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения огнеупорности	155
ГОСТ 4070—83	Огнеупоры. Метод определения температуры деформации под нагрузкой	161
ГОСТ 4071—80	Изделия огнеупорные. Метод определения предела прочности при сжатии	166
ГОСТ 5402—81	Изделия огнеупорные. Методы определения дополнительной линейной усадки или роста	170
ГОСТ 7875—83	Изделия огнеупорные. Метод определения термической стойкости	176
ГОСТ 8179—85	Изделия огнеупорные. Правила приемки	181
ГОСТ 11573—65	Изделия огнеупорные. Метод определения коэффициента газопроницаемости	185
ГОСТ 12170—85	Огнеупоры. Стационарный метод измерения теплопроводности	191
ГОСТ 13997.0—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Общие требования к методам анализа	199
ГОСТ 13997.1—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения гигроскопической влаги	202

ГОСТ 13997.2—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения потери массы при прокаливании 203
ГОСТ 13997.3—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения двуокиси кремния 204
ГОСТ 13997.4—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения двуокиси циркония 213
ГОСТ 13997.5—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения окиси железа 228
ГОСТ 13997.6—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения двуокиси титана 238
ГОСТ 13997.7—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения окиси алюминия 245
ГОСТ 13997.8—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения окиси кальция . 256
ГОСТ 13997.9—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения окиси магния . 266
ГОСТ 13997.10—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Метод определения окиси иттрия . . 275
ГОСТ 13997.11—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения окисей натрия и калия 279
ГОСТ 13997.12—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения пятиокиси фосфора 285
ГОСТ 15136—78 Изделия огнеупорные. Метод измерения глубины отбитости углов и ребер 289
ГОСТ 18847—84 Огнеупоры неформованные сыпучие. Методы определения водопоглощения, кажущейся плотности и открытой пористости зернистых материалов . 296
ГОСТ 20300.1—74 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые. Общие требования к методам анализа 304
ГОСТ 20300.2—74 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые. Методы определения содержания двуокиси кремния 306
ГОСТ 20300.3—74 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые. Методы определения содержания двуокиси циркония 309
ГОСТ 20300.4—74 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые. Метод определения содержания двуокиси титана 314
ГОСТ 20300.5—74 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые. Метод определения содержания окиси железа . 317
ГОСТ 20300.6—74 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые. Методы определения содержания окиси алюминия 320
ГОСТ 20300.7—74 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые. Метод определения содержания окислов кальция и магния 325
ГОСТ 20300.8—74 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые. Метод определения содержания окиси натрия . 330
ГОСТ 24468—80 Изделия огнеупорные. Метод определения кажущейся плотности и общей пористости теплоизоляционных изделий 332
ГОСТ 24523.0—80 Периклаз электротехнический. Общие требования к методам химического анализа 336
ГОСТ 24523.1—80 Периклаз электротехнический. Метод определения двуокиси кремния 339
ГОСТ 24523.2—80 Периклаз электротехнический. Метод определения окиси алюминия 343
ГОСТ 24523.3—80 Периклаз электротехнический. Методы определения окиси железа 347

ГОСТ 24523.4—80	Периклаз электротехнический. Метод определения окиси кальция	353
ГОСТ 24523.5—80	Периклаз электротехнический. Метод определения окиси магния	359
ГОСТ 24523.6—80	Периклаз электротехнический. Метод определения изменения массы при прокаливании	363
ГОСТ 24717—81	Материалы и изделия огнеупорные. Маркировка, упаковка, транспортирование и хранение	365
ГОСТ 24830—81	Изделия огнеупорные бетонные. Ультразвуковой метод контроля качества	369
ГОСТ 25040—81	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения ползучести при сжатии	375
ГОСТ 25085—81	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения прочности при изгибе при повышенных температурах	382
ГОСТ 25714—83	Контроль неразрушающий. Акустический звуковой метод определения открытой пористости, кажущейся плотности, плотности и предела прочности при сжатии огнеупорных изделий	386
ГОСТ 26564.0—85	Материалы и изделия огнеупорные карбидкремниевые. Общие требования к методам анализа	393
ГОСТ 26564.1—85	Материалы и изделия огнеупорные карбидкремниевые. Метод определения карбида кремния	396
ГОСТ 26564.2—85	Материалы и изделия огнеупорные карбидкремниевые. Методы определения свободного углерода	398
ГОСТ 26564.3—85	Материалы и изделия огнеупорные карбидкремниевые. Методы определения двуокиси кремния	402
ГОСТ 26564.4—85	Материалы и изделия огнеупорные карбидкремниевые. Метод определения свободного кремния	407
ГОСТ 26565—85	Огнеупоры неформованные. Методы отбора и подготовки проб	410

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Часть 3

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Е. И. Евтеева*

Сдано в наб. 08.05.87. Подп. к печ. 11.02.88. Формат 60×90¹/₁₆. Бумага книжно-журнальная. Гарнитура литературная. Печать высокая. 26,5 усл. п. л. 26,63 усл. кр.-отт. 25,50 уч.-изд. л. Тир. 20000. Зак. 2583. Цена 1 р. 50 к. Изд. № 9441/2.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов,
123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3

gost.e-ecolog.ru

Великолукская городская типография управления издательств, полиграфии и книжной торговли Псковского облисполкома,
182100, г. Великие Луки, ул. Полиграфистов, 78/12