СССР
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 2642—60

ОГНЕУПОРНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Издание официальное

МОСКВА
1961

gost.e-ecolog.ru

Издание официальное

СССР

Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 2642—60

ОГНЕУПОРНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ

Методы химического анализа

Refractory materials and articles. Methods of chemical analysis

Взамен ГОСТ 2642—53 и ГОСТ 2963—45

Группа И29

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

Настоящий стандарт распространяется на:

огнеупорные глины, каолины, шамотные, графито-шамотные и полукислые изделия, кварциты и динасовые изделия;

глинозем и высокоглиноземистые материалы и изделия;

сырой и каустический магнезит, металлургический порошок и изделия из магнезита;

хромитовые руды, хромитовые огнеупорные массы и хромомагнезитовые изделия;

дуниты, оливиниты, серпентиниты и форстеритовые огнеупоры.

I. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1. Для химического анализа отбирают среднюю пробу не менее 200 *г* размером частиц не более 2 *мм*.

Пробу измельчают до прохождения через сетку № 05 по ГОСТ 6613—53. Тщательно перемешивают, сокращают квартованием до 50—60 *г* и снова измельчают до прохождения через сетку № 02 по ГОСТ 6613—53. Если измельчение пробы производилось в стальной ступке или в истирателе со стальными дисками, то частицы железа, попавшие в пробу при измельчении, должны быть удалены при помощи магнита.

Если подлежащая анализу проба содержит в своем составе магнитные минералы, отделение железа магнитом не производят. В этом случае в результаты анализа должна быть введена поправка на загрязнение пробы металлическим железом.

После удаления железа при помощи магнита и тщательного перемешивания отбирают (квартованием) 10—15 *г* пробы и снова измельчают в агатовой ступке до прохождения через сетку № 0063 или до такого состояния, пока при растирании пробы на ощупь не будут ощущаться отдельные крупинки.

Рекомендуется пробы высокоглиноземистых, хромитовых и хромомагнезитовых материалов подвергать окончательному измельчению в глиноземистой ступке.

Внесен Украинским научно-исследовательским институтом огнеупоров (УНИИО)

Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 2/VIII 1960 г.

Срок введения 1/I 1961 г.

Переиздание. Октябрь 1961 г.

2. Проба материала перед взятием навески должна быть высушена при температуре 105—110°С и тщательно перемешана.

3. Взвешивание должно производиться с точностью ±0,0002 *г*. При анализе должны применяться только проверенные на чистоту стандартные реактивы, дистиллированная вода и беззольные фильтры.

4. В результаты анализа должна быть введена поправка на загрязнение реактивов, воды и поправка на зольность фильтров. Величину поправки находят контрольным определением.

Чтобы рассчитать величину поправки для SiO_2 необходимо определить количество нелетучих примесей во фтористоводородной кислоте. Для этого выпаривают в платиновом тигле с двумя каплями серной кислоты применяемое при анализе количество фтористоводородной кислоты, прокаливают в продолжение 10 *мин* при температуре 1000°С, охлаждают и взвешивают.

Содержание SiO_2 в контрольном опыте в *г* вычисляют по формуле:

$$SiO_2 = G - (G_1 - G_2),$$

где:

G — вес осадка SiO_2 до обработки фтористоводородной кислотой в *г*;

G_1 — вес остатка после обработки фтористоводородной кислотой в *г*;

G_2 — вес нелетучих примесей во фтористоводородной кислоте в *г*.

5. Правильность установки титров стандартных растворов и точность выполнения всех определений контролируется анализом стандартных образцов шамота, динаса, магнезита, хромитовой руды и хромомагнезита.

II. МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ОГНЕУПОРНЫХ ГЛИН, КАОЛИНОВ, ШАМОТНЫХ, ГРАФИТО-ШАМОТНЫХ И ПОЛУКИСЛЫХ ИЗДЕЛИЙ, КВАРЦИТОВ И ДИНАСОВЫХ ИЗДЕЛИЙ

6. Определение содержания гигроскопической влаги. Для получения воздушно-сухого материала измельченную пробу рассыпают тонким слоем на гладкую поверхность и выдерживают при комнатной температуре в течение 24 *ч*. Тщательно перемешивают пробу, отвешивают 1 *г* в сухой стаканчик с притертой крышкой и сушат при темпера-

туре 105—110°С до постоянного веса. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Содержание гигроскопической влаги (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X=\frac{(G_1-G_2)\cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес тигля с навеской воздушно-сухого материала в *г*,

G_2 — вес тигля с навеской после высушивания при температуре 105—110°С в *г*;

G — навеска пробы воздушно-сухого материала в *г*.

7. Определение потери при прокаливании. В прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель отвешивают 1 *г* пробы, высушенной при температуре 105—110°С, и постепенно нагревают на пламени горелки или в электрической печи до температуры 950—1000°С, выдерживают при этой температуре не менее часа, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Повторяют прокаливание (по 10 *мин*) до достижения постоянного веса.

Потерю при прокаливании (X_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1=\frac{(G_1-G_2)\cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес тигля с навеской до прокаливания в *г*;

G_2 — вес тигля с навеской после прокаливания в *г*;

G — навеска пробы в *г*.

8. Определение содержания двуокиси кремния

Применяемые реактивы

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—41.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—54.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, концентрированная и разбавленная 1 : 1.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 1%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, концентрированная.

Кислота фтористоводородная, 40%-ный раствор.

Чистоту фтористоводородной кислоты проверяют выпариванием 6—10 *мл* ее с двумя каплями серной кислоты в платиновом тигле, остаток прокаливают при температуре 950°С и взвешивают.

Описание определения

0,5 *г* пробы помещают в платиновый тигель и смешивают с 4—5 *г* безводного углекислого натрия (при анализе глин, содержащих органические вещества, и при анализе графитошамотных материалов навеску перед смешиванием с углекислым натрием прокаливают при температуре 700—800°С). Закрыв тигель платиновой крышкой, осторожно нагревают его на небольшом пламени газовой горелки или в электрической муфельной печи, постепенно повышая температуру до 950—1000°С, и сплавляют до прекращения выделения пузырьков углекислого газа.

Сплав охлаждают при наклонном положении тигля, переносят в фарфоровую чашку, накрывают чашку стеклом и осторожно разлагают сплав 30 *мл* разбавленной соляной кислоты.

Приставшие к стенкам тигля частицы сплава смывают в фарфоровую чашку горячей водой и небольшим количеством соляной кислоты.

После полного разложения сплава снимают стекло, обмывают его над чашкой горячей водой и выпаривают содержимое чашки на водяной бане досуха. Образовавшиеся комочки осторожно растирают стеклянной палочкой. Остаток высушивают до полного удаления соляной кислоты (по запаху) и выдерживают еще час на водяной бане.

Чашку снимают с бани и после охлаждения приливают 20—25 *мл* соляной кислоты, выдерживают 10 *мин*, приливают 70—80 *мл* кипящей воды, перемешивают, дают раствору отстояться и фильтруют через фильтр диаметром 9 *см* (красная лента).

Осадок на фильтре промывают горячей водой до удаления ионов хлора (проба с 1%-ным раствором азотнокислого серебра).

Фильтрат с промывными водами переводят в ту же фарфоровую чашку и вторично выпаривают на водяной бане досуха. Чашку с сухим остатком нагревают в сушильном шкафу при температуре 105—110°С в течение часа.

После охлаждения сухой остаток смачивают 10—15 *мл* соляной кислоты, выдерживают 10 *мин*, добавляют 30—40 *мл* горячей воды и отфильтровывают осадок кремневой кислоты.

Частички кремневой кислоты, приставшие к чашке, переносят на фильтр при помощи слегка увлажненного кусочка фильтра.

Осадок на фильтре промывают горячей водой до удаления ионов хлора (проба с 10%-ным раствором азотнокислого

серебра). Фильтры с осадками кремневой кислоты помещают во взвешенный платиновый тигель, осторожно высушивают и озоляют, не допуская воспламенения фильтров, прокаливают при температуре 1000°С в течение 40 *мин* и после охлаждения в эксикаторе взвешивают. Повторяют прокаливание до достижения постоянного веса (по 10 *мин*).

Привес тигля дает количество двуокиси кремния с примесями двуокиси титана, окиси алюминия и окиси железа.

Для получения веса чистой двуокиси кремния прокаленный осадок смачивают несколькими каплями воды, приливают 1—2 капли серной кислоты и 6—10 *мл* фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля выпаривают досуха на электроплитке, не доводя до кипения. Для полного удаления серной кислоты тигель прокаливают в течение 10 *мин* при температуре 1000°С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Содержание двуокиси кремния (X_2) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{(G_1 - G_2) \cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес тигля с осадком двуокиси кремния до обработки фтористоводородной кислотой в *г*;

G_2 — вес тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой и прокаливания остатка в *г*.

G — навеска пробы в *г*.

Если при выпаривании 6—10 *мл* фтористоводородной кислоты с двумя каплями серной кислоты и прокаливании при температуре 950°С остается нелетучий остаток, то вес последнего вычитают из значения G_2.

Остаток в тигле после определения двуокиси кремния сплавляют с 2 *г* пиросульфата калия, остывший сплав растворяют в разбавленной соляной кислоте и присоединяют к фильтрату после отделения кремневой кислоты.

9. Определение содержания суммы окисей алюминия, железа и двуокиси титана

Применяемые реактивы

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—54.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, разбавленная 1 : 9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, разбавленная 1 : 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51, 0,1%-ный раствор. 0,1 *г* метилового красного растворяют в 60 *мл* спирта и разбавляют водой до 100 *мл*.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 3761—47, 2%-ный раствор, к раствору добавляют аммиака до слабо-щелочной реакции по метиловому красному.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 1%-ный раствор.

Описание определения

Фильтрат после отделения кремневой кислоты выпаривают до объема 200—250 *мл*, нагревают до кипения, добавляют 2—3 капли метилового красного и раствора аммиака до изменения окраски раствора в желтый цвет и появления слабого запаха аммиака. Нагревают до кипения, дают осадку гидроокисей осесть и фильтруют через фильтр диаметром 9—11 *см* (красная или белая лента). Осадок промывают несколько раз горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония, затем переносят фильтр с осадком в стакан, в котором производилось осаждение, приливают для растворения осадка 30 *мл* разбавленной соляной кислоты и растирают фильтр в кашицеобразную массу. Разбавляют горячей водой до объема 100—150 *мл* и вторично осаждают гидроокиси алюминия, железа и титана, как описано выше.

Раствор фильтруют через фильтр диаметром 9—11 *см* (красная лента) и промывают осадок на фильтре горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония до удаления ионов хлора (проба с 1%-ным раствором азотнокислого серебра, подкисленным азотной кислотой). Фильтраты сохраняют для определения кальция и магния.

Фильтр с осадком гидроокисей слегка подсушивают и помещают во взвешенный платиновый или фарфоровый тигель. Осторожно озоляют и прокаливают при температуре 1000—1100°С (1 *ч* — при анализе глин, каолинов, шамотных и полукислых материалов; 30 *мин* — при анализе кварцитов и динаса).

После охлаждения в эксикаторе взвешивают тигель с осадком и повторяют прокаливание (по 10 *мин*) до достижения постоянного веса.

Содержание суммы окисей алюминия, железа и двуокиси титана (X_3) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_3 = \frac{G_1 \cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес осадка суммы окисей алюминия, железа и двуокиси титана в *г*;

G — навеска пробы в *г*.

Взвешенный осадок сплавляют с пиросульфатом калия при температуре не выше 800°С до получения прозрачного расплава (при анализе глин, каолинов, шамотных и полукислых материалов берут 4—5 *г* пиросульфата калия, при анализе кварцитов и динаса — 2 *г*).

Остывший расплав переносят в стакан и растворяют при нагревании в 150 *мл* разбавленной 1 : 9 серной кислоты. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 *мл*, доводят до метки водой и перемешивают. Этот раствор (*1*) используют для определения окиси железа и двуокиси титана.

10. Определение содержания окиси железа

а) Колориметрический метод (при содержании окиси железа до 2%)

Применяемые реактивы

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, разбавленная 1 : 1.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—51, 20%-ный раствор.

Основной стандартный раствор соли железа получают следующим образом: 0,1 *г* «х. ч.» высушенной окиси железа помещают в коническую колбу, вместимостью 500 *мл*, приливают 50 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и, накрыв колбу часовым стеклом или воронкой, нагревают на водяной бане до растворения окиси железа. Охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 *мл*, доливают до метки водой и перемешивают.

1 *мл* основного стандартного раствора соли железа содержит 0,0001 *г* Fe_2O_3.

Рабочий стандартный раствор соли железа получают следующим образом: отмеряют пипеткой 10 *мл* основного раствора железа в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, приливают 10 *мл* 20%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и раствора аммиака до появления неизменяющейся при дальнейшем добавлении аммиака желтой окраски, доводят до метки водой и перемешивают.

1 *мл* рабочего стандартного раствора соли железа содержит 0,00001 *г* Fe_2O_3.

Описание определения

50 *мл* раствора *I* помещают в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, приливают 10 *мл* 20%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и раствора аммиака до появления устойчивой желтой окраски, доводят объем жидкости в колбе до метки водой и перемешивают.

Окраску испытуемого раствора сравнивают с окраской стандартного раствора в колориметре.

Содержание окиси железа (X_4) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_4 = \frac{H}{H_1} \cdot \frac{0{,}00001 \cdot 100 \cdot 5 \cdot 100}{G},$$

где:

H — высота столба жидкости стандартного раствора в *мм*;

H_1 — высота столба жидкости испытуемого раствора в *мм*;

0,00001 — содержание Fe_2O_3 в 1 *мл* стандартного раствора в *г*;

100 — объем испытуемого раствора после разбавления в *мл*;

5 — множитель для пересчета к исходному объему раствора (250 *мл*);

G — навеска пробы в *г*.

Определение содержания окиси железа может быть произведено также и фотоколориметрическим методом.

б) Объемный метод

Применяемые реактивы

Перекись водорода по ГОСТ 177—55, 3%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, разбавленная 1 : 1.

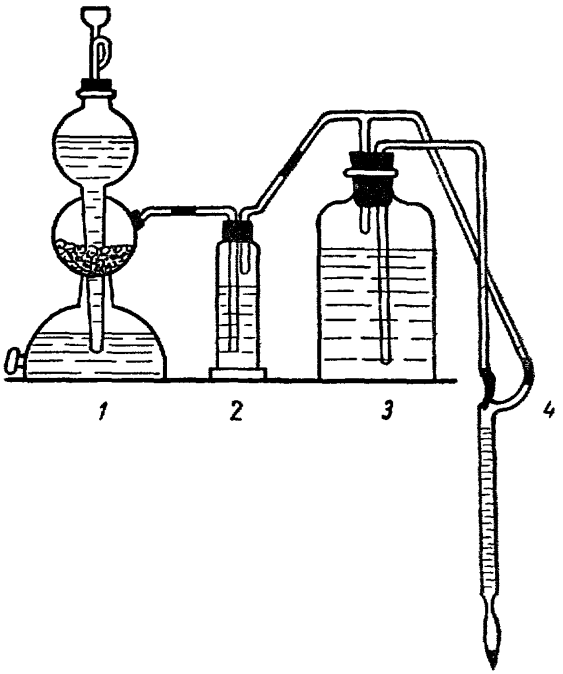
Окись железа по ГОСТ 4173—48, «х. ч.».

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—41.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—48, 10%-ный раствор.

Сернокислая закисная соль титана, 0,05 н. Раствор готовят разбавлением 25%-ного раствора сернокислой закисной соли титана.

Раствор $Ti_2(SO_4)_3$ хранят в среде углекислого газа. Установка для хранения раствора указана на чертеже.



Установка для хранения раствора $Ti_2(SO_4)_3$:
1 — аппарат Киппа, *2* — промывалка для газа с 5—7%-ным раствором $Ti_2(SO_4)_3$, *3* — бутыль с титрованным раствором, *4* — бюретка

Раствор хлорного железа по ГОСТ 4147—48 для установки титра раствора $Ti_2(SO_4)_3$ получают следующим образом: 1 *г* окиси железа растворяют при нагревании в 50 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 *мл*, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 *мл* раствора хлорного железа содержит 0,001 *г* Fe_2O_3.

Для определения титра раствора сернокислой закисной соли титана отмеряют бюреткой 20 *мл* раствора хлорного железа в коническую колбу вместимостью 250 *мл*, добавляют 10 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, 5 *мл* 10%-ного

раствора роданистого калия, 0,3—0,5 *г* углекислого натрия и титруют, при энергичном перемешивании, раствором $Ti_2(SO_4)_3$ до исчезновения красной окраски.

Титр раствора $Ti_2(SO_4)_3$ (T), выраженный в *г* окиси железа (Fe_2O_3), вычисляют по формуле:

$$T Fe_2O_3 = \frac{20 \cdot 0{,}001}{V},$$

где:

20 — объем раствора железа, взятый для титрования, в *мл*;

0,001 — количество Fe_2O_3 в *г*, соответствующее 1 *мл* раствора соли железа;

V — объем раствора $Ti_2(SO_4)_3$, израсходованный на титрование, в *мл*.

Описание определения

0,5 *г* пробы помещают в платиновый тигель, смешивают с 4—5 *г* углекислого натрия и сплавляют по способу, указанному в п. 8.

Остывший сплав переносят в коническую колбу вместимостью 250 *мл*, растворяют при нагревании в 50 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, добавляют 2 капли 3%-ной перекиси водорода, закрывают колбу воронкой и кипятят 1—2 *мин* для разложения перекиси водорода. Охлаждают раствор до комнатной температуры, приливают 5 *мл* 10%-ного раствора роданистого калия, всыпают в колбу 0,3—0,5 *г* углекислого натрия и титруют закисной солью титана до исчезновения красной окраски раствора.

Содержание окиси железа (X_5) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_5 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем раствора $Ti_2(SO_4)_3$, израсходованный на титрование, в *мл*;

T — титр раствора $Ti_2(SO_4)_3$, выраженный в *г* Fe_2O_3;

G — навеска пробы в *г*.

11. Определение содержания двуокиси титана (колориметрический метод)

Применяемые реактивы

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, разбавленная 10 : 90 и 5 : 95.

Перекись водорода по ГОСТ 177—55, 3%-ный раствор.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—54.

Двуокись титана.

Основной стандартный раствор соли титана. 0,2 *г* «х. ч.» двуокиси титана (TiO_2) сплавляют в платиновом тигле с 6—7 *г* пиросернокислого калия примерно при температуре 800°С до получения прозрачного расплава. По охлаждении сплав растворяют в 150 *мл* разбавленной 10 : 90 серной кислоты при нагревании. При наличии нерастворимого остатка или мути раствор фильтруют через фильтр диаметром 9 *см* (белая лента) и промывают фильтр водой. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 1000 *мл*. Фильтр с осадком сжигают в платиновом тигле, добавляют в тигель 1—1,5 *г* пиросернокислого калия и сплавляют. Сплав растворяют в разбавленной 5 : 95 серной кислоте и присоединяют раствор к фильтрату, находящемуся в мерной колбе. Доводят объем раствора в колбе водой до метки и перемешивают.

1 *мл* основного стандартного раствора соли титана содержит 0,0002 *г* TiO_2.

Рабочий стандартный раствор соли титана получают следующим образом: отмеряют пипеткой 10 *мл* основного раствора титана в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, приливают 4 *мл* 3%-ного раствора перекиси водорода, доводят объем разбавленной 5 : 95 серной кислотой до метки и перемешивают.

1 *мл* рабочего стандартного раствора соли титана содержит 0,00002 *г* TiO_2.

Описание определения

Из мерной колбы вместимостью 250 *мл* с раствором *1* п. 9 отбирают пипеткой 50 *мл* раствора в сухой стаканчик, приливают 2 *мл* 3%-ного раствора перекиси водорода и перемешивают. Окраску полученного раствора сравнивают со стандартным раствором в колориметре.

Содержание двуокиси титана (X_6) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_6 = \frac{H}{H_1} \cdot \frac{0{,}00002 \cdot 52 \cdot 5 \cdot 100}{G},$$

где:

H — высота столба жидкости стандартного раствора в *мм*;

H_1 — высота столба жидкости испытуемого раствора в *мм*;

0,00002 — количество TiO_2 в 1 *мл* стандартного раствора в *г*;

52 — объем взятой для определения части раствора, после добавления перекиси водорода, в *мл*;

5 — множитель для пересчета к исходному объему испытуемого раствора (250 *мл*);

G — навеска пробы в *г*.

Определение двуокиси титана может быть произведено также фотоколориметрическим методом.

12. Определение содержания окиси алюминия

Содержание окиси алюминия (X_7) в процентах вычисляют по разности:

$$X_7 = (Al_2O_3 + Fe_2O_3 + TiO_2) - (Fe_2O_3 + TiO_2).$$

13. Определение содержания окиси кальция

Определение окиси кальция производится весовым методом при содержании CaO менее 1% и объемным—при содержании более 1%.

Применяемые реактивы

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—51, насыщенный раствор и 0,1%-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 1%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, разбавленная 5 : 95.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—48, 0,05 н раствор, получают следующим образом: 1,58 *г* $KMnO_4$ растворяют в 1 *л* воды, выдерживают в склянке из темного стекла не менее 5 суток, после чего отстоявшийся раствор осторожно сливают в другую склянку из темного стекла и устанавливают титр раствора $KMnO_4$ по «х. ч.» щавелевокислому натрию.

а) Весовой метод

Соединенные фильтраты после двукратного выделения гидроокисей Al, Fe и Ti подкисляют соляной кислотой по индикатору метиловому оранжевому, выпаривают примерно до объема 200 *мл*, доводят раствор до кипения и приливают при помешивании 20 *мл* насыщенного раствора щавелевокислого аммония, кипятят 2—3 *мин*, нейтрализуют аммиаком и дают стоять в теплом месте в продолжение 2—3 *ч*. Охлаждают до комнатной температуры, фильтруют через фильтр диаметром 9 *см* (белая лента) и промывают осадок 0,1%-ным раствором щавелевокислого аммония до удаления ионов хлора (проба с

1%-ным раствором азотнокислого серебра, подкисленным азотной кислотой).

Фильтр с промытым осадком помещают во взвешенный фарфоровый тигель, сжигают и прокаливают при температуре 950—1000°С в течение 30 *мин*.

После охлаждения в эксикаторе тигель взвешивают и повторяют прокаливание (по 10 *мин*) до достижения постоянного веса.

Содержание окиси кальция (X_8) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_8 = \frac{G_1 \cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес прокаленного осадка в *г*;

G — навеска пробы в *г*.

б) Объемный метод (при содержании окиси кальция более 1%)

После осаждения кальция, как описано при весовом методе, осадок отфильтровывают, промывают 6—8 раз водой и проверяют полноту промывания следующим образом: собирают в чистую пробирку около 2 *мл* фильтрата, добавляют 3—4 капли серной кислоты, каплю 0,05 н раствора $KMnO_4$ и нагревают пробирку в стакане с кипящей водой.

Если осадок промыт, розовая окраска жидкости не должна исчезать в течение 1 *мин*. В случае исчезновения окраски промывают осадок еще 2—3 раза водой и снова проверяют на полноту промывания.

Фильтр с промытым осадком переносят в стакан, в котором производилось осаждение кальция, приливают для растворения осадка 100 *мл* разбавленной 5 : 95 серной кислоты, нагретой до температуры 80—90°С, и титруют 0,05 н раствором марганцовокислого калия до неисчезающей в течение 1 *мин* бледно-розовой окраски. Содержание окиси кальция (X_9) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_9 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем 0,05 н раствора марганцовокислого калия, затраченный на титрование, в *мл*;

T — титр раствора марганцовокислого калия, выраженный в *г* CaO;

G — навеска пробы в *г*.

14. Определение содержания окиси магния

Производится весовым фосфатным методом или объемным трилонометрическим методом.

а) Весовой фосфатный метод

Применяемые реактивы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, концентрированная.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772—47, 10%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный и 2,5%-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 1%-ный раствор.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51, 0,1%-ный раствор. Приготовление по п. 9.

Описание определения

Фильтрат после выделения щавелевокислого кальция (п. 13) подкисляют соляной кислотой по метиловому красному, выпаривают примерно до объема 150 *мл*, приливают 10—15 *мл* 10%-ного раствора фосфорнокислого аммония и постепенно приливают аммиак, при постоянном помешивании, до перемены окраски раствора. Добавляют избыток аммиака по 20 *мл* на каждые 100 *мл* анализируемого раствора, тщательно перемешивают, закрывают стакан стеклом и оставляют в покое не менее 12—15 *ч* при комнатной температуре, фильтруют через фильтр диаметром 9 *см* (синяя лента) и промывают осадок 2,5%-ным раствором аммиака до удаления ионов хлора (проба с 1%-ным раствором азотнокислого серебра, подкисленным азотной кислотой).

Фильтр с осадком помещают во взвешенный фарфоровый тигель, озоляют и прокаливают при температуре около 1000°С в продолжение 30 *мин*. Тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Повторяют прокаливание (по 10 *мин*) до достижения постоянного веса.

Содержание окиси магния (X_{10}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{10}=\frac{G_1 \cdot 0{,}362 \cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес осадка $Mg_2P_2O_7$ в *г*;

0,362 — коэффициент для пересчета осадка $Mg_2P_2O_7$ на MgO;

G — навеска пробы в *г*.

б) Объемный метод (трилонометрический)

Применяемые реактивы

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.

Кислотный хромсиний К (индикатор) получают следующим образом: 0,5 *г* кислотного хромсинего растворяют в 5 *мл* 20%-ного раствора хлористого аммония, 4 *мл* 25%-ного аммиака и 90 *мл* этилового спирта.

Раствор хлористого кальция 0,05 н получают следующим образом: 2,504 *г* сухого «х. ч.» углекислого кальция по ГОСТ 4530—48 растворяют в 20 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 *мл*, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 *мл* такого раствора эквивалентен 0,001402 *г* CaO или 0,001008 *г* MgO.

Трилон *Б* (комплексон *Ш*) 0,05 н раствора получают следующим образом: 9,3065 *г* трилона растворяют в 1 *л* воды и устанавливают титр раствора по раствору соли кальция 0,05 н. Для этого помещают в коническую колбу вместимостью 500 *мл* 25 *мл* раствора соли кальция 0,05 н, приливают 200 *мл* воды, 25 *мл* 20%-ного раствора хлористого аммония, 5 *мл* 25%-ного раствора аммиака и 5—6 капель раствора индикатора хромсинего К. Титруют раствором трилона при энергичном взбалтывании до перехода розовой окраски раствора в сиреневую.

Титр раствора трилона в *г* MgO (T) вычисляют по формуле:

$$T=\frac{V\cdot 0{,}001008}{V_1},$$

где:

V — объем точно 0,05 н раствора соли кальция, взятый для титрования, в *мл*;

V_1 — объем раствора трилона, израсходованный на титрование, в *мл*;

0,001008 — количество MgO, соответствующее 1 *мл* раствора точно 0,05 н, в *г*.

Описание определения

К фильтрату после выделения окиси кальция (п. 13) добавляют 5 *мл* 25%-ного раствора аммиака, 5—6 капель хромсинего К и титруют 0,05 н раствором трилона, при энер-

гичном взбалтывании, до перехода розовой окраски раствора в сиреневую.

Содержание окиси магния (X_{11}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{11}=\frac{V\cdot T\cdot 100}{G},$$

где:

V — объем раствора трилона, израсходованный на титрование, в *мл*;

T — титр раствора трилона, выраженный в *г* MgO;

G — навеска пробы в *г*.

15. Определение содержания закиси марганца

Применяемые реактивы

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—41.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 1%-ный раствор.

Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 3766—47.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—48, 0,05 н раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—48, концентрированная.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—58.

Описание определения

0,5 *г* пробы сплавляют с углекислым натрием, как указано в п. 8.

Сплав растворяют в 30—40 *мл* горячей воды и 20 *мл* азотной кислоты, раствор выпаривают на водяной бане, остаток смачивают азотной кислотой, приливают 30—40 *мл* горячей воды и отфильтровывают кремневую кислоту, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100 *мл*.

К фильтрату, имеющему объем около 80 *мл*, добавляют 1—2 *мл* ортофосфорной кислоты для обесцвечивания окраски от железа, 10 *мл* 1%-ного раствора азотнокислого серебра и около 1 *г* кристаллического надсернокислого аммония, затем нагревают при температуре 85—90°С до окрашивания раствора в фиолетово-красный цвет.

После охлаждения раствор доводят водой до метки, перемешивают и переливают в цилиндр для фотометрирования.

В другой такой же цилиндр наливают 100 *мл* воды и прибавляют из бюретки по каплям точно 0,05 н раствора марганцовокислого калия до совпадения окраски с цветом испытуемого раствора.

1 *мл* точно 0,05 н раствора марганцовокислого калия соответствует 0,00071 *г* MnO. Содержание закиси марганца (X_{12}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{12}=\frac{V\cdot T\cdot 100}{G}.$$

где:

V — объем 0,05 н раствора марганцовокислого калия в *мл*;

T — титр раствора марганцовокислого калия, выраженный в *г* MnO;

G — навеска пробы в *г*.

При фотоколориметрическом определении содержания закиси марганца пользуются градуировочным графиком, составленным по серии эталонных растворов.

16. Определение содержания общей серы

Применяемые реактивы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, концентрированная,
Кислота азотная по ГОСТ 4461—48, концентрированная.
Метиловый оранжевый, 0,2%-ный раствор.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 10%-ный раствор.
Барий хлористый по ГОСТ 4108—48, 10%-ный раствор.

Описание определения

1 *г* пробы обрабатывают в фарфоровой чашке 10 *мл* азотной кислоты и 30 *мл* соляной кислоты и выпаривают на водяной бане досуха.

Остаток в чашке смачивают соляной кислотой и выпаривают до полного удаления запаха соляной кислоты и окислов азота, снова смачивают 10 *мл* соляной кислоты, нагревают на водяной бане в продолжение 10 *мин*, разбавляют 70—80 *мл* горячей воды и фильтруют через фильтр диаметром 9 *см* (белая лента).

Фильтр с осадком промывают 7—8 раз горячей водой. К фильтрату добавляют 2—3 капли индикатора метилового оранжевого и нейтрализуют раствором аммиака, затем прибавляют соляной кислоты из расчета 0,5 *мл* на каждые 100 *мл* раствора, доводят раствор до кипения, прибавляют 10 *мл* кипящего 10%-ного раствора хлористого бария, кипятят несколько минут, после чего оставляют в покое 10—12 *ч*.

Осадок сернокислого бария отфильтровывают через фильтр (синяя лента) и промывают его горячей водой до

удаления ионов хлора (проба с 1%-ным раствором азотнокислого серебра).

Фильтр с осадком помещают во взвешенный фарфоровый тигель, озоляют и прокаливают при температуре 850—900°С в течение 40 *мин*. Тигель с прокаленным осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют (по 10 *мин*) до постоянного веса.

Содержание общей серы в пересчете на SO_3 (X_{13}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{13}=\frac{G_1 \cdot 0{,}343 \cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес осадка $BaSO_4$ в *г*;

0,343 — коэффициент пересчета сернокислого бария на SO_3;

G — навеска пробы в *г*.

17. Определение суммы окислов щелочных металлов (Na_2O+K_2O)

Применяемые реактивы

Кислота фтористоводородная, 40%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, концентрированная.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—51, насыщенный раствор.

8-оксихинолин-орто по ГОСТ 5847—51, 1,5%-ный раствор. 1,5 *г* оксина растворяют в 3 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и доводят объем раствора до 100 *мл*.

Описание определения

0,5 *г* пробы в случае анализа глины и шамота и 1 *г* в случае анализа динаса и кварцита помещают в платиновую чашку, смачивают несколькими каплями воды, приливают 2 *мл* серной кислоты, 7—8 *мл* фтористоводородной кислоты и выпаривают, избегая разбрызгивания, на электроплитке или воздушной бане досуха.

Сухой остаток прокаливают при температуре 600°С в течение 10 *мин*, охлаждают, обрабатывают 30—40 *мл* горячей воды с 4 *мл* раствора аммиака, перемешивают, прогревают и фильтруют через фильтр диаметром 11 *см* (белая лента).

Фильтрат собирают в стакан вместимостью 200—250 *мл* и промывают осадок на фильтре 8—9 раз небольшими порциями горячей воды.

Фильтрат нагревают до кипения, вливают в него 3 *мл* насыщенного раствора щавелевокислого аммония и выпаривают до объема 10—15 *мл*.

Для осаждения оставшихся в растворе алюминия и магния приливают 2 *мл* 25%-ного раствора аммиака и 6—10 *мл* 1,5%-ного раствора оксина до появления желтой окраски жидкости над осадком.

Раствор нагревают 5 *мин* при температуре 60—70°С, оставляют в покое 2 *ч* при комнатной температуре и фильтруют через фильтр диаметром 7—9 *см* (белая лента), собирая фильтрат в платиновую чашку. Осадок на фильтре промывают 6—7 раз водой, выпаривают содержимое чашки досуха, осторожным нагреванием удаляют аммонийные соли, затем чашку с остатком прокаливают в течение 10 *мин* при температуре 650—700°С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Полученные сульфаты щелочных металлов растворяют в воде, и если при этом остается нерастворимый остаток, его отфильтровывают, промывают, сжигают фильтр с осадком в платиновой чашке, в которой производилось выпаривание, прокаливают в продолжение 10 *мин*, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Содержание суммы окисей щелочных металлов (X_{14}) вычисляют по формуле:

$$X_{14}=\frac{(G_1-G_2)\cdot 0{,}488\cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес чашки с осадком сульфатов щелочных металлов в *г*;

G_2 — вес чашки с нерастворимым остатком в *г*;

0,488 — средний коэффициент пересчета сульфатов щелочных металлов в окиси;

G — навеска пробы в *г*.

18. Определение содержания окиси калия

Применяемые реактивы

Кобальт сернокислый по ГОСТ 4462—48, 25%-ный раствор.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—48, 50%-ный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—51.

Натрий сернокислый кристаллический по ГОСТ 4171—48, 2,5%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, разбавленная 1 : 7.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—48, 0,1 н раствор.

Кислота щавелевая по ГОСТ 5873—51, 0,1 н раствор.

Описание определения

Сульфаты щелочных металлов растворяют в воде и переносят в мерную колбу вместимостью 100 *мл*. Из колбы берут 25 или 50 *мл* (в зависимости от количества щелочей), переносят в фарфоровую чашку вместимостью 75—100 *мл*, прибавляют 10 *мл* 25%-ного раствора сернокислого кобальта, 12 *мл* 50%-ного раствора азотистокислого натрия и 2 *мл* 80%-ной уксусной кислоты. Прикрыв чашку часовым стеклом, помещают ее на кипящую водяную баню на час, после чего сняв стекло и обмыв его водой над чашкой, выпаривают жидкость на водяной бане при температуре 80—90°С до объема 10 *мл* при помешивании стеклянной палочкой.

После охлаждения к содержимому чашки прибавляют 50—70 *мл* холодной воды, смесь перемешивают для растворения избытка осадителя и, дав осадку отстояться, фильтруют через стеклянный фильтр № 3—4 при слабом отсасывании. Осадок промывают 2,5%-ным раствором сернокислого натрия вначале декантацией, а затем на фильтре до обесцвечивания промывных вод. Сернокислый натрий удаляют с фильтра трехкратным промыванием холодной водой.

Промытый осадок вместе с тиглем опускают в предварительно нагретый до температуры 80°С титрованный раствор марганцовокислого калия, приготовленный следующим способом. В стакан вместимостью 500 *мл* наливают 250 *мл* дистиллированной воды, нагретой до температуры 75—80°С, и из бюретки точно отмеренное количество (10—15 *мл*) 0,1 н раствора марганцовокислого калия. Раствор подогревают до температуры 80°С и приливают 10—15 *мл* разбавленной серной кислоты при помешивании. Нагревают на водяной бане, при частом перемешивании, до исчезновения желтого осадка, при этом жидкость в стакане чернеет от выпавшей двуокиси марганца. Через 10—15 *мин* приливают из бюретки точно отмеренное количество 0,1 н раствора щавелевой кислоты или щавелевокислого натрия до обесцвечивания раствора. Избыток щавелевой кислоты оттитровывают 0,1 н раствором марганцовокислого калия.

Содержание окиси калия (X_{15}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{15}=\frac{[(V+V_1)-V_2]\cdot K\cdot 0{,}000856\cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 0,1 н раствора $KMnO_4$, взятый для окисления осадка, в *мл*;

V_1 — объем точно 0,1 н раствора $KMnO_4$, затраченный на титрование избытка прилитой щавелевой кислоты, в *мл*;

V_2 — объем точно 0,1 н раствора щавелевой кислоты в *мл*;

K — множитель для пересчета к исходному объему испытуемого раствора;

0,000856 — количество окиси калия, соответствующее 1 *мл* точно 0,1 н раствора $KMnO_4$, в *г*;

G — навеска пробы в *г*.

19. Определение содержания окиси натрия

Содержание окиси натрия (X_{16}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{16}=(G-1{,}85\cdot G_1)\cdot 0{,}436,$$

где:

G — суммарное содержание сернокислых солей калия и натрия в %;

G_1 — содержание окиси калия в %;

1,85 — коэффициент для пересчета окиси калия в сернокислый калий;

0,436 — коэффициент для пересчета сернокислого натрия в окись натрия.

Ускоренные методы анализа глин, каолинов, шамотных, графито-шамотных и полукислых изделий

20. Определение содержания двуокиси кремния

а) Весовой метод

Применяемые реактивы

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—41.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, концентрированная и разбавленная 1 : 1.

Желатина, 1%-ный раствор, получают следующим образом: 1 *г* желатины растворяют в 100 *мл* воды, подогретой до

температуры 70°С, перемешивают и дают отстояться на водяной бане в течение 5—7 *мин.*

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 1%-ный раствор.

Описание определения

0,5 *г* пробы помещают в платиновый тигель, перемешивают с 4—5 *г* безводного углекислого натрия и сплавляют, как указано в п. 8.

Охлажденный сплав переносят в фарфоровую чашку, накрывают чашку часовым стеклом и приливают 30 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты. После полного разложения сплава обмывают стекло водой и выпаривают содержимое чашки на водяной бане досуха.

К сухому остатку приливают 35 *мл* соляной кислоты и, накрыв чашку стеклом, нагревают на водяной бане при температуре 70—80°С в течение 10 *мин*, приподняв стекло, прибавляют в чашку 10 *мл* 1%-ного свежеприготовленного раствора желатины и перемешивают стеклянной палочкой содержимое чашки в течение 5 *мин.* Затем, накрыв чашку стеклом, нагревают ее на водяной бане при той же температуре в течение 15 *мин.* Обмывают стекло и края чашки горячей водой и фильтруют раствор через фильтр диаметром 9 *см* (белая лента).

Осадок на фильтре промывают 5—6 раз горячей водой, содержащей небольшое количество желатины (5 *мл* 1%-ного раствора желатины на 1 *л* воды), и затем горячей водой до полного удаления ионов хлора из осадка (проба с 1%-ным раствором азотнокислого серебра).

Фильтр с осадком кремневой кислоты слегка подсушивают, помещают во взвешенный платиновый тигель, осторожно озоляют (не допуская воспламенения фильтра) и прокаливают при температуре 1000—1100°С в электрической муфельной печи или на газовой горелке в течение 40 *мин.* Охлаждают тигель в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют (по 10 *мин*) до достижения постоянного веса.

Содержание двуокиси кремния (X_{17}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{17}=\frac{G_1 \cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес осадка двуокиси кремния в *г*;

G — навеска пробы в *г*.

б) Объемный метод определения двуокиси кремния

Применяемые реактивы

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—41.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, концентрированная.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—48, кристаллический и насыщенный раствор.

Трилон *Б* (комплексон *Ш*), 0,1 н раствор.

Калий виннокислый средний по ГОСТ 3655—51.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—48, насыщенный раствор. После приготовления отфильтровывают и хранят в полиэтиленовой бутыли или парафинированной колбе.

Метиловый оранжевый, 0,2%-ный раствор.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор или смешанный индикатор; бромтимоловый синий 1%-ный раствор и феноловый красный 1%-ный раствор 1 : 1.

Бумажная фильтровальная кашица получается следующим образом: несколько фильтров помещают в стакан, приливают 100 *мл* воды и 15 *мл* соляной кислоты и кипятят до полного распада фильтров.

Натр едкий по ГОСТ 4328—48, 0,5 н раствор.

Титр раствора едкого натра устанавливают по раствору точно 0,5 н соляной кислоты. Для этого отмеряют раствор точно 0,5 н соляной кислоты в коническую колбу вместимостью 250 *мл*, приливают 100 *мл* холодной воды, не содержащей CO_2, добавляют несколько капель индикатора фенолфталеина (или смешанного индикатора) и титруют раствором щелочи до появления розовой окраски.

Титр 0,5 н раствора едкого натра, выраженный в *г* двуокиси кремния (T), вычисляют по формуле:

$$T=\frac{V\cdot 0{,}0075}{V_1},$$

где:

V — объем точно 0,5 н раствора соляной кислоты, взятый для установки титра, в *мл*;

V_1 — объем раствора едкого натра, пошедший на титрование, в *мл*;

0,0075 — количество двуокиси кремния в *г*, эквивалентное 1 *мл* раствора точно 0,5 н.

Описание определения

0,2 *г* пробы помещают в платиновый тигель, смешивают с 2 *г* углекислого натрия и сплавляют в электрической муфельной печи при температуре 950—1000°С в течение 30—40 *мин*.

Сплав после охлаждения переносят в коническую колбу вместимостью 250 *мл* и растворяют в небольшом количестве воды и 50 *мл* соляной кислоты.

После растворения сплава приливают в колбу 20 *мл* 0,1 н раствора трилона (или прибавляют 1 *г* виннокислого калия), кипятят в продолжение 3—5 *мин*, охлаждают и переводят в стакан из плексигласа или полиэтилена. Добавляют в стакан, при помешивании, кристаллический хлористый калий до получения насыщенного раствора, после чего приливают 20 *мл* насыщенного раствора фтористого натрия, при помешивании палочкой из плексигласа, и выдерживают в течение 2—3 *мин*.

Отфильтровывают выпавший осадок под вакуумом (водоструйный насос) на бумажный фильтр (белая лента) с добавлением бумажной кашицы.

Осадок на фильтре промывают 5—7 раз насыщенным раствором хлористого калия, после чего проверяют полноту промывания нанесением на фильтр капли метилового оранжевого.

Промытый осадок вместе с фильтром помещают в колбу, содержащую 100 *мл* кипящей воды, энергично взбалтывают, добавляют несколько капель индикатора фенолфталеина (или смешанного индикатора) и титруют 0,5 н раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски.

Содержание двуокиси кремния (X_{18}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{18}=\frac{V\cdot T\cdot 100}{G},$$

где:

V — объем 0,5 н раствора гидроокиси натрия в *мл*;

T — титр раствора едкого натра, выраженный в *г* SiO_2;

G — навеска пробы в *г*.

Приготовление бумажной кашицы: фильтры помещают в стакан, приливают 100 *мл* воды и 15 *мл* соляной кислоты и кипятят до полного распада фильтров на отдельные волокна.

21. Определение содержания окиси железа, двуокиси титана и окиси алюминия (из одной навески)

Применяемые реактивы (для разложения пробы)

Смесь для сплавления получают следующим образом: 200 *г* безводного углекислого натрия по ГОСТ 83—41 и 100 *г* тетраборнокислого натрия (буры) по ГОСТ 4199—48 тщательно смешивают в фарфоровой ступке.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, разбавленная 1 : 3.

Разложение пробы

0,25 *г* пробы помещают в платиновый тигель, смешивают с 3 *г* смеси для сплавления и, прикрыв тигель платиновой крышкой, сплавляют в электрической муфельной печи при температуре 950—1000°С (или на газовой горелке) в течение 15 *мин*.

После охлаждения тигель со сплавом помещают в стакан вместимостью 150—200 *мл*, приливают 60 *мл* разбавленной 1 : 3 соляной кислоты, подогретой до температуры 80—90°С, обмывая при этом крышку тигля над стаканом, и прикрывают стакан стеклом. Для ускорения растворения сплава жидкость в тигле периодически перемешивают стеклянной палочкой.

После растворения сплава извлекают тигель из стакана, обмывают его водой и переводят раствор из стакана в мерную колбу вместимостью 250 *мл*, охлаждают до комнатной температуры, разбавляют водой до метки и перемешивают (раствор *А*).

22. Определение содержания окиси железа

а) Объемный йодометрический метод

Применяемые реактивы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, концентрированная.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—48.

Крахмал растворимый, 0,5%-ный раствор. 0,5 *г* крахмала взбалтывают с 10—15 *мл* воды и вливают суспензию в 100 *мл* кипящей воды. Кипятят в течение 2 *мин* и охлаждают.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—48, 0,01 н раствор.

Конго красный по ГОСТ 5552—50.

Описание определения

Из мерной колбы вместимостью 250 *мл* с раствором *А* (п. 21) отбирают 50 *мл* раствора в коническую колбу вместимостью 250—300 *мл* и нейтрализуют раствором аммиака в присутствии бумажки конго до слабой щелочной реакции, подкисляют соляной кислотой до посинения бумажки конго и приливают 2—3 капли избытка кислоты.

Добавляют 0,5 *г* кристаллического йодистого калия или 5 *мл* его 10%-ного раствора, закрывают колбу пробкой, перемешивают и через 5 *мин* титруют выделившийся йод 0,01 н раствором тиосульфата натрия в присутствии нескольких миллилитров раствора крахмала до исчезновения синей окраски раствора.

Содержание окиси железа (X_{19}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{19}=\frac{V\cdot 5\cdot 0{,}0008\cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 0,01 н раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, в *мл*;

5 — множитель для пересчета к исходному объему (250 *мл*);

0,0008 — количество окиси железа, соответствующее 1 *мл* точно 0,01 н раствора тиосульфата натрия, в *г*;

G — навеска пробы в *г*.

б) Колориметрический метод

Применяемые реактивы по п. 10а

Рабочий стандартный раствор получают следующим образом: 5 *мл* основного стандартного раствора железа (по п. 10*а*) вливают в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, добавляют 10 *мл* 20%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и раствора аммиака до появления устойчивой желтой окраски, доводят до метки водой и перемешивают. 1 *мл* рабочего стандартного раствора содержит 0,000005 *г* Fe_2O_3.

Описание определения

Из мерной колбы вместимостью 250 *мл* с раствором *А* (п. 21) отбирают 25 *мл* раствора в мерную колбу вместимостью 50 *мл*, приливают туда же 5 *мл* 20%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и раствора аммиака до появления устойчивой окраски, не изменяющейся при дальнейшем добавлении раствора аммиака. Колбу с раствором охлаждают в воде при комнатной температуре, разбавляют раствор в колбе водой до метки и перемешивают.

Отфильтровывают через сухой фильтр часть раствора из колбы, отбрасывая при этом первую порцию фильтрата (10—15 *мл*), и сравнивают окраску испытуемого раствора со стандартным раствором в колориметре.

Содержание окиси железа (X_{20}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{20} = \frac{H}{H_1} \cdot \frac{0{,}000005 \cdot 50 \cdot 10 \cdot 100}{G},$$

где:

H — высота столба жидкости стандартного раствора в *мм*;

H_1 — высота столба жидкости испытуемого раствора в *мм*;

0,000005 — содержание Fe_2O_3 в *г* в 1 *мл* стандартного раствора в *г*;

50 — объем испытуемого раствора после окончательного разбавления в *мл*;

G — навеска пробы в *г*;

10 — множитель для пересчета к исходному испытуемому объему раствора (250 *мл*).

23. Определение содержания двуокиси титана (колориметрический метод)

Применяемые реактивы

Перекись водорода по ГОСТ 177—55, 3%-ный раствор.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—58, разбавленная 1 : 1.

Основной стандартный раствор титана для приготовления рабочего стандартного раствора по п. 11.

Раствор для разбавления при приготовлении стандарного раствора получают следующим образом: 3 *г* смеси для сплавления (п. 21) растворяют в 60 *мл* разбавленной 1 : 3 соляной кислоты и разбавляют до объема 250 *мл*.

Рабочий стандартный раствор соли титана получают следующим образом: 5 *мл* основного стандартного раствора титана вливают в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, добавляют 2 *мл* 3%-ного раствора перекиси водорода, 2 *мл* фосфорной кислоты, приливают до метки раствора для разбавления и перемешивают. 1 *мл* рабочего стандартного раствора титана содержит 0,00001 *г* TiO_2.

Описание определения

Из мерной колбы вместимостью 250 *мл* с раствором *А* (п. 21) отбирают 50 *мл* в другую мерную колбу (вместимостью 50 *мл*), добавляют выше метки 1 *мл* фосфорной кислоты уд. в. 1,2, 1 *мл* 3%-ного раствора перекиси водорода, переме-

шивают и сравнивают окраску испытуемого раствора с окраской стандартного раствора в колориметре.

Содержание двуокиси титана (X_{21}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{21}=\frac{H}{H_1}\cdot\frac{0{,}00001\cdot 52\cdot 5\cdot 100}{G},$$

где:

H — высота столба жидкости стандартного раствора в *мм*;

H_1 — высота столба жидкости испытуемого раствора в *мм*;

0,00001 — содержание TiO_2 в 1 *мл* рабочего стандартного раствора титана в *г*;

52 — объем испытуемого раствора после добавления перекиси водорода и фосфорной кислоты в *мл*;

5 — множитель для пересчета к исходному объему испытуемого раствора (250 *мл*);

G — навеска пробы в *г*.

Определение содержания окиси железа и двуокиси титана может быть произведено также фотоколориметрическим методом.

24. Определение содержания окиси алюминия (объемный оксиновый метод)

Применяемые реактивы

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, разбавленная 1 : 1.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—48, 10%-ный раствор.

Крахмал растворимый. Приготовление по п. 22.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—52, 30%-ный раствор.

Конго красный по ГОСТ 5552—50 (бумажка конго).

Метиловый оранжевый, 0,2%-ный раствор.

Тиосульфат натрия по ГОСТ 4215—48, 0,1 н раствор, получают следующим образом: 25 *г* кристаллического тиосульфата натрия растворяют в 1000 *мл* воды. Поправочный коэффициент для приведения раствора тиосульфата натрия к точно 0,2 н устанавливают по фиксаналу двухромовокислого калия (0,1 н). Для этого в коническую колбу вместимостью 500 *мл* отмеряют при помощи бюретки 20 *мл* раствора двухромовокислого калия, приливают 10 *мл* 10%-ного раствора йодистого калия, 20 *мл* воды и 10 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кис-

лоты. Закрывают колбу пробкой, перемешивают и через 5 *мин* титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия, вначале без крахмала до слабо-желтой окраски, затем добавляют 2—3 *мл* раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски. Поправочный коэффициент (K) для приведения раствора тиосульфата натрия к точно 0,2 н раствору вычисляют по формуле:

$$K=\frac{20}{2\cdot V},$$

где:

$\frac{20}{2}$ — объем точно 0,2 н раствора двухромовокислого калия в *мл*;

V — объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование 20 *мл* раствора двухромовокислого калия, в *мл*.

Бромид-бромат калия, 0,2 н раствор, получают следующим образом: 5,58 *г* кристаллического бромноватокислого калия ($KBrO_3$) по ГОСТ 4457—48 и 20 *г* кристаллического бромистого калия (KBr) по ГОСТ 4160—48 растворяют в 1 *л* воды. Для определения поправочного коэффициента раствора отмеряют бюреткой 10 *мл* в коническую колбу вместимостью 500 *мл*, приливают 10 *мл* 10%-ного раствора йодистого калия, 150 *мл* воды и 40 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты. Колбу закрывают пробкой, перемешивают и оставляют в покое 2—3 *мин*. Титруют выделившийся йод раствором тиосульфата вначале без крахмала, до слабо-желтой окраски, затем добавляют 2—3 *мл* раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски.

Поправочный коэффициент (K_1) для приведения раствора бромид-бромата к точно 0,2 н вычисляют по формуле:

$$K_1=\frac{V\cdot K}{10},$$

где:

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование 10 *мл* раствора бромид-бромата калия, в *мл*;

K — поправочный коэффициент для приведения раствора тиосульфата натрия к точно 0,2 н раствору;

10 — объем раствора бромид-бромата калия, взятый для титрования, в *мл*.

8-оксихинолин-орто (оксин) по ГОСТ 5847—51, 1,5%-ный раствор, получают следующим образом: 15 *г* оксина растворяют в 22 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, подогревают до температуры 60—70°С, разбавляют водой до 200 *мл*, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 *мл*, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Поправочный коэффициент для приведения раствора оксина к точно 0,2 н раствору определяют следующим способом: отмеряют бюреткой 10 *мл* раствора оксина в коническую колбу вместимостью 500 *мл*, добавляют 150 *мл* воды и 40 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и титруют раствором бромид-бромата при энергичном помешивании.

Как только будет прилито 20 *мл* раствора бромид-бромата добавляют 2—3 капли индикатора метилового оранжевого и перемешивают. Если в растворе имеется избыток брома, окраска индикатора исчезает. Если раствор окрашивается индикатором в розовый цвет, добавляют из бюретки еще 2 *мл* раствора бромид-бромата и снова проверяют наличие избытка брома добавлением новой порции индикатора.

Убедившись в наличии избытка брома в растворе, закрывают колбу пробкой, оставляют в покое 2—3 *мин*, приливают 5 *мл* 10%-ного раствора йодистого калия, перемешивают и через минуту титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия вначале без крахмала до слабо-желтой окраски, затем добавляют 2—3 *мл* раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски.

Поправочный коэффициент (K_2) для приведения раствора оксина к точно 0,2 н вычисляют по формуле:

$$K_2=\frac{V-V_1}{10},$$

где:

V — объем точно 0,2 н раствора бромид-бромата в *мл*;

V_1 — объем точно 0,2 н раствора тиосульфата натрия в *мл*;

10 — объем раствора оксина, взятый для титрования, в *мл*.

Описание определения

Из мерной колбы вместимостью 250 *мл* с раствором *А* (п. 21) отмеряют 100 *мл* раствора 0,1 н навески в другую мерную колбу вместимостью 250 *мл* и нейтрализуют избыток соляной кислоты раствором аммиака по бумажке конго до ее покраснения. Подкисляют раствор разбавленной 1 : 1 соляной кислотой до растворения выпавшего осадка гидроокисей алю-

миния, титана и железа и слабого посинения бумажки конго. Приливают избыток 2—3 капли разбавленной соляной кислоты, тщательно перемешивают и добавляют из бюретки раствор оксина (при анализе каолинов и глин 30—35 *мл*, при анализе полукислых изделий 20—25 *мл*). Добавляют 15 *мл* 30%-ного раствора уксуснокислого натрия, перемешивают, соединяют колбу с воздушным холодильником, а затем нагревают на электрической плитке или водяной бане при температуре 65—70°С в течение 10 *мин* для перекристаллизации выпавшего осадка оксинохинолятов алюминия, железа и титана.

После нагревания охлаждают колбу до комнатной температуры, доводят водой объем жидкости в колбе до метки и перемешивают. Затем фильтруют раствор через сухой фильтр в мерную колбу вместимостью 100 *мл* до метки (первые порции фильтрата, 15—20 *мл*, отбрасывают). Полученный фильтрат переводят в коническую колбу вместимостью 250 *мл*, ополаскивают мерную колбу 2 раза небольшим количеством воды и подкисляют раствор 30 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты.

Приливают из бюретки 6—7 *мл* раствора бромид-бромата калия, перемешивают, добавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого и, если розовая окраска индикатора не исчезает, приливают еще раствора бромид-бромата калия до исчезновения окраски. Наличие избытка брома в растворе проверяют добавлением еще 2—3 капель метилового оранжевого.

Если добавление индикатора не вызывает появление красной окраски, закрывают колбу пробкой, перемешивают, затем, открыв пробку, приливают 5 *мл* 10%-ного раствора йодистого калия, перемешивают и через минуту оттитровывают выделившийся йод раствором тиосульфата натрия, вначале без крахмала до слабо-желтой окраски, затем добавляют 2—3 *мл* раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски раствора.

Содержание окиси алюминия (X_{22}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{22}=\frac{[V-2{,}5\,(V_1-V_2)-(V_3+V_4)]\cdot 0\,00085\cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 0.2 н раствора оксихинолина, израсходованный для осаждения алюминия, железа и титана, в *мл*;

2,5 — множитель для пересчета к исходному объему раствора 250 *мл*;

V_1 — объем точно 0,2 н раствора бромид-бромата калия, израсходованный при титровании избытка оксихинолина, в *мл*;

V_2 — объем точно 0,2 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный при титровании избытка бромид-бромата калия, в *мл*;

V_3 — объем точно 0,2 н раствора оксихинолина, связанного с железом, в *мл*, находят умножением процентного содержания Fe_2O_3 в пробе на 0,752;

V_4 — объем точно 0,2 н раствора оксихинолина, связанного с титаном, в *мл*, находят умножением процентного содержания TiO_2 в пробе на 0,5;

0,00085 — количество окиси алюминия, эквивалентное 1 *мл* точно 0,2 н раствора, в *г*;

G — навеска пробы, взятая для определения окиси алюминия, в *г*.

Ускоренные методы анализа динаса и кварцита

25. Определение содержания двуокиси кремния (фторидно-азотнокислый метод для динаса и кварцита)

Применяемые реактивы

Кислота фтористоводородная, 40%-ный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—48, концентрированная.

Описание определения

В платиновый тигель отвешивают 1 *г* пробы, приливают 5 *мл* азотной и 5—6 *мл* фтористоводородной кислоты. Тигель прикрывают крышкой и помещают в водяную баню (с дистиллированной водой) так, чтобы тигель был погружен в воду на одну треть своей высоты.

В качестве бани можно применять фарфоровую чашку, в которую помещают фарфоровый диск с отверстиями для тиглей. Нагревают тигель в водяной бане 20 *мин* при температуре 80—90°С для разложения основной массы пробы. Снимают крышку с тигля, перемешивают содержимое его платиновой проволочкой, обмывают проволоку и крышку над тиглем 2—3 *мл* фтористоводородной кислоты, закрывают тигель крышкой и снова нагревают в течение 10—15 *мин*.

Сняв тигель с бани, обмывают крышку над тиглем 2 *мл* азотной кислоты, осторожно протирают дно тигля кусочком фильтра, переносят тигель на электроплитку или воздушную электрическую баню и выпаривают его содержимое до сиропо-

образной констистенции (но не досуха), затем приливают в тигель 4 *мл* азотной кислоты и выпаривают досуха. Повторяют обработку азотной кислоты еще 2 раза, после чего сухой остаток прокаливают сначала 2—3 *мин* при температуре 400—500°С до разложения азотнокислых солей, затем 10 *мин* при температуре 1000°С. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Содержание двуокиси кремния (X_{23}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{23}=\frac{(G_1-G_2)\cdot 100}{G}-X_1,$$

где:

G_1 — вес тигля с навеской в *г*;

G_2 — вес тигля после обработки навески фтористоводородной и азотной кислотами и прокаливания в *г*;

G — навеска пробы в *г*;

X_1 — потери при прокаливании пробы в %.

Остаток в тигле после определения двуокиси кремния по п. 25 можно сплавить с пиросульфатом калия, сплав растворить в разбавленной соляной кислоте и полученный раствор использовать для определения суммы окиси алюминия, окиси железа и двуокиси титана, окиси кальция и окиси магния по методам, указанным в пп. 9—14.

26. Определение содержания окиси железа и двуокиси титана (из одной навески). Определение содержания окиси кальция из этой же навески см. п. 30

Применяемые реактивы (для разложения пробы)

Кислота фтористоводородная, 40%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, концентрированная.

Смесь для сплавления по п. 21.

Разложение пробы

1 *г* пробы помещают в платиновый тигель, смачивают пробу несколькими каплями воды, приливают 5—6 капель серной кислоты и 5—6 *мл* фтористоводородной кислоты, накрывают тигель крышкой и помещают его в водяную баню (п. 25). Нагревают 20 *мин* при температуре 80—90°С, снимают крышку с тигля, перемешивают содержимое его платиновой проволочкой, обмывают над тиглем крышку тигля и проволочку 2 *мл*

фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха содержимое тигля на электроплитке.

Сухой остаток прокаливают 1—2 *мин* при температуре 500—600°С и сплавляют с 2 *г* смеси для сплавления при температуре 960—1000°С в течение 5 *мин*.

После охлаждения сплав помещают в стакан вместимостью 150 *мл*, приливают 20 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и нагревают до получения прозрачного раствора.

Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, разбавляют водой до метки и перемешивают (раствор *Б*).

27. Определение содержания окиси железа (колориметрический метод)

Применяемые реактивы и растворы, а также рабочий стандартный раствор соли железа по п. 10*а*.

Описание определения

10 *мл* раствора *Б* (п. 26) переводят в мерную колбу вместимостью 50 *мл*. Приливают 5 *мл* 20%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и раствора аммиака до появления желтой устойчивой окраски, неизменяющейся при дальнейшем прибавлении аммиака. Охлаждают до комнатной температуры, разбавляют водой до метки и перемешивают. Окраску испытуемого раствора сравнивают со стандартным раствором в колориметре.

Содержание окиси железа (X_{24}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{24}=\frac{H}{H_1}\cdot\frac{0{,}00001\cdot 50\cdot 10\cdot 100}{G},$$

где:

H — высота столба жидкости стандартного раствора в *мм*;

H_1 — высота столба жидкости испытуемого раствора в *мм*;

0,00001 — количество Fe_2O_3, содержащейся в 1 *мл* стандартного раствора, в *г*;

50 — объем испытуемого раствора после разбавления в *мл*;

10 — множитель для пересчета к исходному объему испытуемого раствора (100 *мл*);

G — навеска пробы в *г*.

Определение окиси железа может быть произведено также и йодометрическим (п. 22*а*) или фотоколориметрическим методами.

28. Определение содержания двуокиси титана (колориметрический метод)

Применяемые реактивы

Основной стандартный раствор соли титана по п. 11.

Остальные реактивы и приготовление рабочего стандартного раствора по п. 23.

1 *мл* основного стандартного раствора соли титана содержит 0,00001 *г* TiO_2.

Описание определения

20 *мл* раствора *Б* (п. 26) переводят в сухой стаканчик вместимостью 50 *мл*, приливают 1 *мл* 3%-ного раствора перекиси водорода и 1 *мл* ортофосфорной кислоты, перемешивают и сравнивают окраску испытуемого раствора с окраской стандартного раствора в колориметре.

Содержание двуокиси титана (X_{25}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{25} = \frac{H}{H_1} \cdot \frac{0{,}00001 \cdot 22 \cdot 5 \cdot 100}{G},$$

где:

H — высота столба жидкости основного стандартного раствора в *мм*;

H_1 — высота столба жидкости испытуемого раствора в *мм*;

0,00001 — количество TiO_2 в 1 *мл* основного стандартного раствора в *г*;

22 — количество испытуемого раствора после добавления перекиси водорода и фосфорной кислоты в *мл*;

5 — множитель для пересчета к исходному объему испытуемого раствора (100 *мл*);

G — навеска пробы в *г*.

29. Определение содержания окиси алюминия (объемный фторидный метод)

Применяемые реактивы

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, концентрированная.

Кислота фтористоводородная, 40%-ный раствор.

Смесь для сплавления по п. 21.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, разбавленная 1 : 1.

Кислота винная по ГОСТ 5817—55, 5%-ный раствор.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор.

Натр едкий по ГОСТ 4328—48, 20%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 0,1 н раствор.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—48, 4%-ный раствор.

Раствор хранят в парафинированной склянке.

Описание определения

1 *г* пробы помещают в платиновый тигель, обрабатывают фтористоводородной и серной кислотами и затем выпаривают раствор досуха, как описано в п. 26.

Сухой остаток сплавляют с 2 *г* смеси в течение 5 *мин.* Смесь для сплавления готовят, как указано в п. 21.

Остывший сплав переносят в стакан вместимостью 150 *мл*, приливают 20 *мл* горячей разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и нагревают до получения прозрачного раствора.

После охлаждения раствор переводят в коническую колбу вместимостью 250—300 *мл*, приливают 10 *мл* 5%-ного раствора винной кислоты, добавляют 5—6 капель раствора фенолфталеина и нейтрализуют 20%-ным раствором едкого натра до появления слабо-розовой окраски. Обмывают стенки колбы водой и добавляют по каплям 0,1 н раствор соляной кислоты до исчезновения розовой окраски.

К подготовленному таким способом раствору приливают 4 *мл* 4%-ного раствора фтористого натрия и титруют выделившуюся при реакции щелочь 0,1 н раствором соляной кислоты.

Добавление фтористого натрия и титрование соляной кислотой повторяют, пока прилитый фтористый натрий не перестанет вызывать появление розовой окраски жидкости.

Содержание окиси алюминия (X_{26}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{26}=\frac{V\cdot T\cdot 100}{G},$$

где:

V — объем 0,1 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, в *мл*;

T — титр раствора HCl, выраженный в *г* Al_2O_3;

G — навеска пробы в *г*.

Титр соляной кислоты устанавливают по образцу нормали или по чистой соли алюминия. Теоретический титр 0,1 н раствора соляной кислоты, выраженной в *г* Al_2O_3, равен 0,0017.

30. Определение содержания окиси кальция

Применяемые реактивы

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—51, насыщенный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, концентрированная.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, концентрированная и разбавленная 5 : 95.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—48, 0,05 н раствор.

Описание определения

Отмеряют 50 *мл* раствора *Б* (п. 26) в стакан вместимостью 250—300 *мл* и нейтрализуют раствором аммиака до слабощелочной реакции по метиловому оранжевому, подкисляют соляной кислотой, приливают избыток 3—4 капли, нагревают раствор до кипения и добавляют 15 *мл* насыщенного раствора щавелевокислого аммония. Нагревают в течение 5 *мин*, нейтрализуют раствором аммиака и снова нагревают в течение 10 *мин*.

Раствор выдерживают при температуре 50—60°С в течение 20 *мин* в случае анализа динаса и час—в случае анализа кварцита и фильтруют через фильтр диаметром 9 *см* (белая лента).

Стакан и осадок на фильтре промывают 6—8 раз холодной водой и проверяют полноту промывания осадка, как описано в п. 13*б*.

Фильтр с промытым осадком переносят в стакан, в котором производилось осаждение кальция, приливают 50 *мл*, подогретой до температуры 80—90°С разбавленной 5 : 95 серной кислоты, перемешивают до полного растворения осадка щавелевокислого кальция и титруют раствором марганцовокислого калия до появления бледно-розовой окраски, не исчезающей в течение 1 *мин*.

Содержание окиси кальция (X_{27}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{27} = \frac{V \cdot T \cdot 2 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем раствора марганцовокислого калия, пошедший на титрование, в *мл*;

T — титр раствора, выраженный в *г* CaO;
2 — множитель для пересчета к исходному объему испытуемого раствора (100 *мл*);
G — навеска пробы в *г*.

III. МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ГЛИНОЗЕМА И ВЫСОКОГЛИНОЗЕМИСТЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ИЗДЕЛИЙ

31. Определение потери при прокаливании

Определение потери при прокаливании производят, как указано в п. 7.

32. Определение содержания двуокиси кремния

Применяемые реактивы

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—54.
Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—41.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, концентрированная и разбавленная 1 : 1.
Кислота серная по ГОСТ 4204—48, концентрированная.
Кислота фтористоводородная, 40%-ный раствор.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 1%-ный раствор.

Описание определения

0,5 *г* пробы помещают в платиновый тигель, смешивают навеску с 6—7 *г* пиросульфата калия и сплавляют на газовой горелке или в электрической печи при температуре не выше 800°С в течение 10—15 *мин*. Нагревание тигля необходимо производить постепенно во избежание разбрызгивания и вспенивания расплава. Для ускорения процесса сплавления перемешивают сплав 2—3 раза вращением тигля при помощи щипцов. Разложение пробы может быть произведено также путем спекания с 0,6 *г* соды при температуре 1000—1100°С в течение 2 *ч*.

Остывший сплав переводят из тигля в стакан, смывают стенки тигля горячей водой, приливают 30 *мл* соляной кислоты и нагревают до растворения сплава.

Если на дне стакана остаются несплавленные частицы пробы, раствор фильтруют через фильтр (белая лента). Остаток на фильтре промывают 3—4 раза горячей водой, переносят в

платиновый тигель, сжигают и прокаливают несколько минут. Остаток в тигле сплавляют в 2 *г* углекислого натрия.

После охлаждения сплав переносят в стакан, растворяют в 20 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и присоединяют раствор к первому фильтрату.

Полученный раствор переводят в фарфоровую чашку и выпаривают на кипящей водяной бане досуха; после этого чашку с сухим остатком выдерживают на водяной бане в течение часа. После охлаждения приливают 20—25 *мл* соляной кислоты, выдерживают 10 *мин*, добавляют 50—70 *мл* кипящей воды для растворения солей и отфильтровывают осадок через фильтр диаметром 9 *см* (белая лента).

Осадок на фильтре промывают горячей водой до полного удаления ионов хлора (проба с 1%-ным раствором азотнокислого серебра).

Фильтрат переводят в ту же фарфоровую чашку и снова выпаривают на водяной бане досуха (до удаления по запаху соляной кислоты). Остаток высушивают в сушильном шкафу при температуре 110°С в течение часа, затем охлаждают до комнатной температуры, приливают 15—20 *мл* соляной кислоты, выдерживают 10 *мин, добавляют* 30—40 *мл кипящей* воды, перемешивают и фильтруют.

Приставшие к стенкам чашки частички кремневой кислоты снимают кусочком слегка влажного фильтра и присоединяют к осадку. Осадок на фильтре промывают горячей водой до удаления ионов хлора, проверяя полноту удаления 1%-ным раствором азотнокислого серебра.

Оба фильтра с осадками помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при температуре 1000°С в течение 45 *мин*. После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают. Прокаливание повторяют (по 10 *мин*) до достижения постоянного веса.

Полученный осадок двуокиси кремния обычно загрязнен окисью алюминия, окисью железа и двуокисью титана. Для получения истинного веса двуокиси кремния в тигель после взвешивания осадка добавляют 2—3 капли воды, 2—3 капли серной кислоты и 5—7 *мл* фтористоводородной кислоты, после чего выпаривают содержимое тигля на электроплитке.

Тигель с сухим остатком прокаливают при температуре 1000°С в течение 10 *мин*, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Содержимое двуокиси кремния (X_{28}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{28}=\frac{(G_1-G_2)\cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес тигля с осадком до обработки фтористоводородной кислотой в *г*;

G_2 — вес тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой и прокаливания в *г*;

G — навеска пробы в *г*.

Остаток в тигле после определения содержания SiO_2 сплавляют с 2 *г* пиросульфата калия, остывший сплав растворяют при нагревании в небольшом количестве разбавленной соляной кислоты и присоединяют к фильтрату после выделения кремневой кислоты.

Весь раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 *мл*, разбавляют водой до метки и перемешивают (раствор *В*). Раствор используют для определения содержания суммы окиси железа, окиси алюминия и двуокиси титана.

33. Определение содержания суммы окисей железа, алюминия и двуокиси титана

Применяемые реактивы

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51, 0,1%-ный спиртовой раствор (п. 9).

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 3761—47, 2%-ный раствор (п. 9).

Серебро азотнокислое, 1%-ный раствор.

Кислота соляная, разбавленная 1 : 1.

Описание определения

Применяемые реактивы по п. 32

Из мерной колбы с фильтратом после выделения кремневой кислоты отмеряют 100 *мл* раствора *В*, помещают в стакан вместимостью 300 *мл* и добавляют бумажной массы (из беззольных фильтров).

Раствор нагревают почти до кипения и в присутствии нескольких капель раствора метилового красного осаждают аммиаком алюминий, железо и титан в виде гидроокисей. Амми-

ак прибавляют до изменения окраски индикатора в желтый цвет и появления слабого запаха аммиака. После осаждения гидроокисей раствор нагревают до кипения, дают осадку осесть и фильтруют через фильтр диаметром 11 *см* (красная или белая лента).

Осадок на фильтре промывают горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония до исчезновения реакции на ион хлора (проба 1%-ным раствором азотнокислого серебра, подкисленным азотной кислотой).

Фильтр с осадком помещают во взвешенный платиновый тигель, подсушивают, озоляют и прокаливают в течение 1,5 *ч* при температуре 1000—1100°С. После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают. Прокаливание повторяют (по 10 *мин*) до достижения постоянного веса

Содержание суммы окиси алюминия, окиси железа и двуокиси титана (X_{29}) в процентах вычисляют по формуле·

$$X_{29}=\frac{G_1\cdot 2{,}5\cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес осадка суммы окисей алюминия, железа и двуокиси титана в *г*;

2,5 — множитель для пересчета к исходному объему испытуемого раствора (250 *мл*);

G — навеска пробы в *г*.

34. Определение содержания окиси железа (колориметрический метод)

Применяемые реактивы

Реактивы и приготовление стандартного раствора соли железа по п. 10*а*.

Описание определения

25 *мл* раствора *В* (п. 32) помещают в мерную колбу вместимостью 50 *мл*, приливают 5 *мл* 20%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и раствора аммиака до появления устойчивой желтой окраски, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Окраску полученного раствора сравнивают с окраской стандартного раствора в колориметре.

Содержание окиси железа (X_{30}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{30}=\frac{H}{H_1}\cdot\frac{0{,}00001\cdot 50\cdot 10}{G},$$

где:

H — высота столба жидкости стандартного раствора в *мм*;

H_1 — высота столба жидкости испытуемого раствора в *мм*;

0,00001 — количество Fe_2O_3 в 1 *мл* рабочего стандартного раствора в *г*;

50 — объем испытуемого раствора после разбавления в *мл*;

10 — множитель для пересчета к исходному объему испытуемого раствора (250 *мл*);

G — навеска пробы в *г*.

Определение содержания окиси железа может быть произведено также и фотоколориметрическим методом.

35. Определение содержания двуокиси титана (колориметрический метод)

Применяемые реактивы

Перекись водорода по ГОСТ 177—55, 3%-ный раствор.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—58, разбавленная 1 : 1.

Основной стандартный раствор соли титана (приготовление по п. 11).

Рабочий стандартный раствор соли титана. 5 *мл* основного стандартного раствора переводят в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, прибавляют 2 *мл* 3%-ного раствора перекиси водорода и 2 *мл* фосфорной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 *мл* рабочего стандартного раствора содержит 0,00001 *г* TiO_2.

Описание определения

100 *мл* раствора *В* (п. 32) выпаривают до 30 *мл*, охлаждают и переводят раствор в мерную колбу емкостью 50 *мл*. Добавляют 1 *мл* 3%-ного раствора перекиси водорода и 1 *мл* фосфорной кислоты, разбавляют водой объем до метки, перемешивают и сравнивают окраску испытуемого раствора с окраской стандартного раствора в колориметре.

Содержание двуокиси титана (X_{31}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{31}=\frac{H}{H_1}\cdot\frac{0{,}00001\cdot 50\cdot 2{,}5\cdot 100}{G},$$

где:

H — высота столба жидкости стандартного раствора в *мм;*

H_1 — высота столба жидкости испытуемого раствора в *мм;*

0,00001 — количество TiO_2 в 1 *мл* стандартного раствора в *г;*

50 — объем испытуемого раствора после разбавления в *мл;*

2,5 — множитель для пересчета к объему испытуемого раствора (250 *мл*);

G — навеска пробы в *г.*

Определение содержания двуокиси титана может быть произведено также фотоколориметрическим методом.

36. Определение содержания окиси алюминия

После определения содержания окиси железа и двуокиси титана, содержание окиси алюминия (X_{32}) в процентах вычисляют по разности:

$$X_{32}=(Al_2O_3+Fe_2O_3+TiO_2)-(TiO_2+Fe_2O_3).$$

37. Определение содержания окиси кальция

Производят по методу, указанному в п. 13*а*.

38. Определение содержания окиси магния

Производят по методу, указанному в п. 14*а*.

39. Определение содержания суммы окислов щелочных металлов (Na_2O+K_2O)

Реактивы и определение по п. 17

Примечание. Обработку пробы фтористоводородной кислотой производят дважды: первый раз приливают 7—8 *мл* и выпаривают до влажного состояния остатка, затем добавляют еще 5 *мл* фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха

Ускоренные методы анализа

40. Определение содержания окиси железа, двуокиси титана и окиси алюминия (из одной навески)

Для разложения пробы применяются реактивы по п. 21.

0,2 *г* пробы помещают в платиновый тигель, смешивают с 3 *г* смеси для сплавления, тигель покрывают крышкой и сплавляют при температуре 1000°С в течение 15—20 *мин.*

Остывший тигель со сплавом помещают в стакан вместимостью 150—200 *мл* и приливают 60 *мл*, подогретой до температуры 80—90°С разбавленной 1 : 3 соляной кислоты. После растворения сплава обмывают тигель над стаканом горячей водой, раствор переводят в мерную колбу емкостью 100 *мл*, охлаждают до комнатной температуры, разбавляют водой до метки и перемешивают (раствор *Г*).

41. Определение содержания окиси железа (колориметрический метод)

Применяемые реактивы и приготовление основного стандартного и рабочего стандартного растворов соли железа по п. 10*а*. 1 *мл* рабочего стандартного раствора соли железа содержит 0,00001 *г* Fe_2O_3

Описание определения

20 *мл* раствора *Г* (п. 40) помещают в мерную колбу вместимостью 50 *мл*, приливают 5 *мл* 20%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и раствора аммиака до устойчивой желтой окраски, разбавляют водой до метки и перемешивают. Окраску испытуемого раствора сравнивают с окраской стандартного раствора в колориметре.

Содержание окиси железа (X_{33}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{33} = \frac{H}{H_1} \cdot \frac{0{,}00001 \cdot 50 \cdot 5 \cdot 100}{G},$$

где:

H — высота столба жидкости стандартного раствора в *мм*;

H_1 — высота столба жидкости испытуемого раствора в *мм*;

0,00001 — количество Fe_2O_3 в 1 *мл* стандартного раствора в *г*,

50 — объем испытуемого раствора после разбавления в *мл*;

5 — множитель для пересчета к исходному объему испытуемого раствора (100 *мл*);

G — навеска пробы в *г*.

Определение содержания окиси железа может быть произведено также и фотоколориметрическим методом.

42. Определение содержания двуокиси титана (колориметрический метод)

Применяемые реактивы и приготовление рабочего стандартного раствора соли титана по п. 23.

1 *мл* рабочего стандартного раствора соли титана содержит 0,00001 *г* TiO_2.

Описание определения

20 *мл* раствора *Г* (п. 40) помещают в сухой стакан, приливают 1 *мл* 3%-ного раствора перекиси водорода и 1 *мл* фосфорной кислоты, перемешивают и сравнивают окраску раствора со стандартным раствором в колориметре.

Содержание двуокиси титана (X_{34}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{34} = \frac{H}{H_1} \cdot \frac{0{,}00001 \cdot 22 \cdot 5 \cdot 100}{G},$$

где:

H — высота столба жидкости стандартного раствора в *мм;*

H_1 — высота столба жидкости испытуемого раствора в *мм;*

0,00001 — содержание TiO_2 в 1 *мл* стандартного раствора в *г;*

22 — объем испытуемого раствора после добавления перекиси водорода и фосфорной кислоты в *мл;*

5 — множитель для пересчета к исходному объему испытуемого раствора (100 *мл*);

G — навеска пробы в *г.*

43. Определение содержания окиси алюминия

Применяемые реактивы и установка титров растворов по п. 24.

Описание определения

50 *мл* раствора *Г* (п. 40) помещают в мерную колбу вместимостью 250 *мл,* нейтрализуют в присутствии бумажки конго раствором аммиака до покраснения бумажки. Затем добавляют по каплям разбавленной 1 : 1 соляной кислоты до растворения выпавшего осадка гидроокиси и слабого посинения бумажки конго.

Приливают избыток соляной кислоты (2—3 капли), перемешивают и добавляют из бюретки титрованный раствор оксихинолина в следующих примерно количествах:

Предполагаемое содержание в пробе Al_2O_3 в пределах	Количество прибавляемого раствора оксихинолина
40—57%	40—45 *мл*
70—90%	55—65 *мл*
более 90%	70 *мл*

После добавления раствора оксихинолина приливают 15 *мл* 30%-ного раствора уксуснокислого натрия и продолжают определение, как указано в п. 24.

IV. МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА СЫРОГО И КАУСТИЧЕСКОГО МАГНЕЗИТА, МАГНЕЗИТОВЫХ ИЗДЕЛИЙ, МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО ПОРОШКА И ИЗДЕЛИЙ ИЗ МАГНЕЗИТА

44. Определение потери при прокаливании

1 *г* пробы помещают в фарфоровый тигель, нагревают тигель на электроплитке в течение 10 *мин*, после чего помещают его в муфельную печь, нагретую до температуры не выше 400°С, постепенно повышают температуру в печи до 1000°С и прокаливают пробу при этой температуре в течение часа. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Прокаливание повторяют (по 10 *мин*) до достижения постоянного веса.

Содержание потери при прокаливании (X_{35}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{35}=\frac{(G_1-G_2)\cdot 100}{G},$$

где

G_1 — вес тигля с навеской до прокаливания в *г*;

G_2 — вес тигля с навеской после прокаливания в *г*;

G — навеска пробы в *г*.

45. Определение содержания двуокиси кремния

Применяемые реактивы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, концентрированная и разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная, 40%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, концентрированная.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 1%-ный раствор.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—54.

Описание определения

Навеску пробы в 1 *г* при анализе обожженных материалов или остаток в тигле после прокаливания (п. 44) переносят в фарфоровую чашку, приливают 30 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, накрывают чашку стеклом и нагревают на электроплитке до растворения навески. Проба магнезита может быть разложена спеканием с 1 *г* углекислого натрия при тем-

пературе 1000°С в течение 5—6 *мин*. После растворения содержимое чашки выпаривают досуха на водяной бане. Сухой остаток смачивают концентрированной соляной кислотой и снова выпаривают до удаления соляной кислоты (по запаху). Чашку с сухим остатком нагревают при температуре 110°С в течение часа в сушильном шкафу, дают остыть, приливают 10 *мл* соляной кислоты, выдерживают 5 *мин*, добавляют 50 *мл* горячей воды, перемешивают и отфильтровывают осадок через фильтр диаметром 9 *см* (белая лента). Осадок на фильтре промывают горячей водой до удаления ионов хлора (проба с 1%-ным раствором азотнокислого серебра).

Фильтр с осадком кремневой кислоты переносят в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при температуре 1000°С в течение 30 *мин*, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Прокаливание повторяют (по 10 *мин*) до достижения постоянного веса. Затем осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, добавляют 1—2 капли серной кислоты и 2—3 *мл* фтористоводородной кислоты и выпаривают содержимое тигля на электроплитке досуха. Тигель с сухим остатком прокаливают при температуре 1000°С в течение 10 *мин*, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Содержание двуокиси кремния (X_{36}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{36}=\frac{(G_1-G_2)\cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес тигля с осадком кремневой кислоты до обработки фтористоводородной кислотой в *г*;

G_2 — вес тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой и прокаливания в *г*;

G — навеска пробы в *г*.

Остаток в тигле после взвешивания сплавляют с 2 *г* пиросульфата калия. После охлаждения сплав переносят в стакан вместимостью 100 *мл* и приливают для растворения 20 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты. Раствор присоединяют к фильтрату от кремневой кислоты.

46. Определение содержания суммы окисей железа и алюминия

Применяемые реактивы

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—60.

Перекись водорода по ГОСТ 177—55, 3% ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51, 0,1%-ный раствор (п. 9).

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 3761—47, 2%-ный раствор, нейтрализованный аммиаком по метиловому красному.

Соляная кислота по ГОСТ 3118—46, разбавленная 1 : 1.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 1%-ный раствор.

Описание определения

К фильтрату после отделения кремневой кислоты (п. 45) прибавляют 5 *г* хлористого аммония, несколько капель 3%-ного раствора перекиси водорода и кипятят в течение 1—2 *мин*. Охлаждают железо и алюминий в виде гидроокисей раствором аммиака в присутствии нескольких капель раствора метилового красного до изменения окраски индикатора и до появления слабого запаха аммиака. Нагревают до кипения и фильтруют через фильтр диаметром 9 *см* (красная лента). Осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония, переносят с фильтра в тот же стакан, в котором производилось осаждение, приливают для растворения осадка 20 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, добавляют горячей воды до объема раствора 100 *мл* и повторяют осаждение, гидроокисей алюминия и железа раствором аммиака. Раствор фильтруют через фильтр диаметром 9 *см* (красная лента), осадок на фильтре промывают горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония до удаления ионов хлора (проба с 1%-ным раствором азотнокислого серебра, подкисленным азотной кислотой).

Фильтр с осадком гидроокисей алюминия и железа помещают во взвешенный платиновый тигель, озоляют и прокаливают в течение 30—40 *мин* при температуре 1000°С. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют (по 10 *мин*) до достижения постоянного веса.

Содержание суммы окисей алюминия и железа (X_{37}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{37}=\frac{G_1\cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес осадка суммы окисей алюминия и железа в *г*;

G — навеска пробы в *г*.

Фильтрат после отделения гидроокисей алюминия и железа подкисляют соляной кислотой, переводят в мерную колбу

емкостью 500 *мл*, разбавляют водой до метки колбы и перемешивают. Раствор используют для определения окиси кальция.

47. Определение содержания окиси железа (колориметрический метод).

Применяемые реактивы

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—54.

Соляная кислота по ГОСТ 3118—46, концентрированная.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—51, 20%-ный раствор.

Основной стандартный раствор соли железа и рабочий стандартный раствор соли железа, готовят, как указано в п. 10

Описание определения

Прокаленный осадок суммы окисей железа и алюминия сплавляют с 2—8 *г* пиросульфата калия, растворяют сплав в горячей воде и 10 *мл* соляной кислоты, нагревают до растворения и охлаждают раствор. После растворения охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 *мл*, разбавляют до метки водой и перемешивают. В полученном растворе определяют содержание окиси железа, как указано в п. 10*а*.

48. Определение содержания окиси алюминия. После определения окиси железа содержание окиси алюминия (X_{38}) в процентах вычисляют по разности:

$$X_{38} = (Al_2O_3 + Fe_2O_3) - Fe_2O_3.$$

49. Определение содержания окиси кальция

Применяемые реактивы

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—57, насыщенный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, разбавленная 5 : 95.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—48, 0,05 н раствор.

Описание определения

100 *мл* раствора после отделения гидроокисей алюминия и железа (п. 46) помещают в стакан вместимостью 500 *мл*, нагревают до кипения и приливают 30 *мл* насыщенного раствора

щавелевокислого аммония. Раствор снова нагревают до кипения, нейтрализуют раствором аммиака, прибавляя его по каплям, при помешивании стеклянной палочкой, до слабого запаха. Стакан накрывают стеклом и оставляют стоять в течение 4 *ч* при комнатной температуре.

Осадок отфильтровывают через фильтр диаметром 9 *см* (синяя или белая лента), промывают на фильтре 2—3 раза водой, смывают осадок водой в стакан, в котором производилось осаждение, и промывают фильтр разбавленной 1 : 1 соляной кислотой и водой.

К раствору добавляют воды до 150 *мл*, нагревают до кипения, приливают 5 *мл* насыщенного раствора щавелевокислого аммония, снова доводят раствор до кипения и нейтрализуют раствором аммиака, как при описании первого осаждения.

Раствору с выпавшим осадком дают отстояться при комнатной температуре в течение 1,5—2 *ч*, после чего фильтруют через фильтр диаметром 9 *см* (синяя или белая лента).

Осадок на фильтре промывают 6—8 раз водой и проверяют полноту промывания, как описано в п. 13 *б*.

Промытый осадок вместе с фильтром переносят в стакан, в котором производилось осаждение кальция, приливают 100 *мл* разбавленной 5 : 95 серной кислоты, нагретой до температуры 80—90°С, перемешивают до растворения осадка и титруют 0,05 н раствором марганцовокислого калия до появления устойчивой бледно-розовой окраски, не исчезающей в течение минуты.

Содержание окиси кальция (X_{39}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{39}=\frac{V\cdot T\cdot 5\cdot 100}{G},$$

где:

V — объем раствора $KMnO_4$, израсходованный на титрование, в *мл*;

T — титр раствора $KMnO_4$, выраженный в *г* CaO;

5 — множитель для пересчета к объему испытуемого раствора (500 *мл*);

G — навеска пробы в *г*.

50. Определение содержания окиси магния

Применяемые реактивы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, концентрированная.

Метиловый оранжевый, 0,2%-ный раствор.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772—47, 10%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный и 2,5%-ный растворы.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 1%-ный раствор.

Описание определения

Фильтраты после двукратного осаждения кальция (п. 49) собирают в стакан вместимостью 500 *мл*, подкисляют 5 *мл* соляной кислоты и выпаривают до объема 200—250 *мл*. К горячему раствору, имеющему температуру 40—50°С, приливают 25 *мл* 10%-ного раствора фосфорнокислого аммония. Затем, при непрерывном помешивании раствора стеклянной палочкой медленно приливают 25%-ный раствор аммиака до изменения окраски индикатора метилового оранжевого и выпадания осадка фосфорной аммонийно-магниевой соли. Добавляют избыток аммиака 20 *мл* на каждые 100 *мл* раствора, перемешивают 2—3 *мин*, накрывают стакан стеклом и дают отстояться при комнатной температуре 4 *ч*.

После указанного времени осадок отфильтровывают через фильтр диаметром 11 *см* (синяя или белая лента). Осадок на фильтре промывают 2,5%-ным раствором аммиака до исчезновения реакции на ион хлора в промывных водах (проба с 1%-ным раствором азотнокислого серебра, подкисленным азотной кислотой).

Фильтр с осадком помещают во взвешенный фарфоровый тигель, медленно озоляют и прокаливают в течение часа при температуре 950—1000°С. Тигель с прокаленным осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют (по 10 *мин*) до достижения постоянного веса.

Содержание окиси магния (X_{40}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{40}=\frac{G_1 \cdot 0{,}362 \cdot 5 \cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес осадка пирофосфата магния ($Mg_2P_2O_7$) в *г*;

0,362 — коэффициент для пересчета $Mg_2P_2O_7$ на MgO;

5 — множитель для пересчета к объему раствора (500 *мл*);

G — навеска пробы в *г*.

51. Определение содержания закиси марганца (при содержании более 1%)

Применяемые реактивы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, концентрированная и разбавленная 1 : 1.

Перекись водорода по ГОСТ 177—55, 3%-ный раствор.

Конго красный по ГОСТ 5552—50.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—41.

Окись цинка прокаленная.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—48, 0,05 н раствор.

Описание определения

1 *г* пробы прокаливают в течение 10 *мин*, переносят из тигля в коническую колбу вместимостью примерно 700 *мл*, приливают 30 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и нагревают до растворения пробы. Приливают несколько капель перекиси водорода и кипятят в течение 10 *мин* до разложения избытка перекиси водорода. Приливают в колбу 100 *мл* воды и нейтрализуют раствор углекислым натрием до щелочной реакции по бумажке конго. Подкисляют соляной кислотой до посинения бумажки конго, приливают 300 *мл* горячей воды и взмученную в воде окись цинка до появления избытка окиси цинка. Нагревают до кипения и титруют, при энергичном взбалтывании, 0,05 н раствором марганцовокислого калия до появления бледно-розовой окраски жидкости над осадком.

Содержание закиси марганца (X_{41}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{41}=\frac{V\cdot T\cdot 100}{G},$$

где:

V — объем раствора $KMnO_4$, израсходованный на титрование, в *мл*;

T — титр раствора $KMnO_4$, выраженный в *г* MnO;

G — навеска пробы в *г*.

Примечание. При содержании в пробе MnO менее 1% определение производится колориметрическим персульфатным методом (по п. 15).

Ускоренные методы анализа

52. Определение содержания двуокиси кремния

а) Фотоколориметрический метод

Применяемые реактивы

Смесь для сплавления: 200 *г* углекислого натрия по ГОСТ 83—41 и 100 *г* буры по ГОСТ 4199—48, приготовление по п. 21.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, разбавленная 1 : 3.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48. 100 *мл* 8 н раствора вливают при энергичном помешивании в 350 *мл* воды.

Кислота серная 0,15 н. 10 *мл* 8 н раствора вливают в 450 *мл* воды.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—53, 5%-ный раствор; 25 *г* молибденовокислого аммония растворяют в 500 *мл* воды и фильтруют.

Раствор соли Мора 0,1 н. 39 *г* соли Мора растворяют в 400 *мл* воды, фильтруют, приливают 100 *мл* серной кислоты и доводят водой объем раствора до 1 *л*.

Описание определения

0,1 *г* пробы помещают в платиновый тигель, смешивают с 2 *г* смеси для сплавления и сплавляют в электрической муфельной печи при температуре 950—1000°С в течение 10 *мин*. Вынув тигель из печи, распределяют сплав по стенкам тигля для ускорения последующего растворения сплава в кислоте. Тигель помещают в стакан вместимостью 250 *мл* и приливают 40 *мл* разбавленной 1 : 3 соляной кислоты, подогретой до температуры 80—90°С. После растворения сплава, которое обычно заканчивается через 1—2 *мин*, извлекают тигель из стакана при помощи стеклянной палочки и промывают его над стаканом струей воды из промывалки. Раствор в стакане прогревают на кипящей водяной бане в течение 5 *мин*, охлаждают в проточной воде, переводят содержимое стакана в мерную колбу 200 *мл*, доводят водой до метки и перемешивают.

5 *мл* раствора микропипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 50 *мл*, приливают 15 *мл* 0,15 н раствора серной кислоты, затем 4 *мл* раствора молибдата аммония, перемешивают и дают отстояться 8 *мин* при комнатной температуре.

Приливают 10 *мл* 8 н серной кислоты и 5 *мл* 0,1 н раствора соли Мора, доводят водой до метки и перемешивают. Через

2 *мин* наливают раствор из колбы в кювету фотоколориметра и производят измерение с красным светофильтром. В качестве фона используют раствор пробы, к которому прибавляют все реактивы, за исключением раствора молибдата аммония (5 *мл* раствора из мерной колбы вместимостью 250 *мл* переводят в мерную колбу вместимостью 50 *мл*, добавляют 10 *мл* 8 н раствора серной кислоты и 5 *мл* 0,1 н раствора соли Мора, доводят водой до метки и перемешивают).

Градуировку фотоколориметра производят по 3—4 пробам магнезита с различным содержанием двуокиси кремния.

б) Весовой сернокислый метод

Применяемые реактивы

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—41.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, концентрированная и разбавленная 1 : 1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—60.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 1%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, разбавленная 1 : 1.

Описание определения

1 *г* пробы помещают в платиновый тигель, смешивают с 1 *г* углекислого натрия и спекают в электрической муфельной печи при температуре 1000°С в течение 5—7 *мин*. Полученную массу переносят из тигля в стакан вместимостью 250 *мл* с горячей водой, обмывают тигель над стаканом 10 *мл* подогретой разбавленной 1 : 1 соляной кислотой, приливают 30 *мл* разбавленной 1 : 1 серной кислоты и нагревают до появления паров серной кислоты. Через 1—2 *мин* после начала выделения паров серной кислоты снимают стакан с плитки и дают ему остыть на листе асбеста до комнатной температуры. Приливают 100 *мл* воды и снова нагревают до растворения сернокислых солей. Добавляют 1—2 *г* хлористого аммония, перемешивают и фильтруют раствор через фильтр диаметром 9 *см* (белая лента). Осадок переносят на фильтр и промывают его горячей водой до удаления ионов хлора в промывных водах (проба производится раствором азотнокислого серебра). Фильтр с осадком озоляют, прокаливают при температуре 1000°С в течение 30 *мин*, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют (по 10 *мин*) до достижения постоянного веса.

Содержание двуокиси кремния (X_{42}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{42}=\frac{G_1 \cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес осадка двуокиси кремния в *г*;

G — навеска пробы в *г*.

Фильтрат после отделения SiO_2 используют для определения суммы окиси алюминия и окиси железа (п. 46).

53. Определение содержания окиси железа (объемный метод).

Применяемые реактивы

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—41.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, разбавленная 1 : 1.

Перекись водорода по ГОСТ 177—55, 3%-ный раствор.

Окись железа по ГОСТ 4173—48, «х. ч.».

Калий роданистый по ГОСТ 4139—48, 10%-ный раствор.

Раствор сернокислой закисной соли титана 0,05 н.

Раствор хлорного железа для установки титра раствора $Ti_2(SO_4)_3$.

1 г окиси железа растворяют при нагревании в 50 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 *мл*, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Описание определения

1 *г* пробы спекают с 1 *г* углекислого натрия, как указано в п. 54. Спекшуюся массу переносят из тигля в коническую колбу вместимостью 250 *мл*, обмывают тигель подогретой разбавленной 1 : 1 соляной кислотой и горячей водой.

Приливают 25 *мл* соляной кислоты и нагревают до полного растворения пробы. Для окисления закисного железа добавляют 3—4 капли 3%-ного раствора перекиси водорода и кипятят 4—5 *мин* для разложения избытка перекиси водорода. Охлаждают раствор до комнатной температуры и определяют содержание окиси железа, как указано в п. 10 *б*.

54. Определение содержания окиси магния (объемный оксихинолиновый метод)

Применяемые реактивы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, разбавленная 1 : 1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—60, 20%-ный раствор.

Оксихинолин-орто по ГОСТ 5847—51, 1,5%-ный раствор (приготовление см. п. 24).

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.

Бромид-бромат калия, 0,2 н раствор (приготовление раствора и определение поправочного коэффициента для точно 0,2 н раствора по п. 24).

Натрий серноватистокислый по ГОСТ 4215—48, 0,1 н раствор (приготовление раствора и определение поправочного коэффициента для точно 0,2 н раствора по п. 24).

Калий йодистый по ГОСТ 4232—48, 10%-ный раствор.

Крахмал 0,5%-ный раствор (готовят как указано в п. 22 *а*)

Метиловый оранжевый, 0,2%-ный раствор.

Описание определения

0,2 *г* пробы растворяют при нагревании в 30 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты в стакане вместимостью 250 *мл*. После растворения приливают 20 *мл* 20%-ного раствора хлористого аммония и 50 *мл* кипящей воды.

Осаждают алюминий и железо в виде гидроокисей раствором аммиака, нагревают раствор до кипения, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 200 *мл*, доводят водой до метки и перемешивают.

Отфильтровывают через сухой фильтр (белая лента) часть раствора в мерную колбу вместимостью 100 *мл* до метки (при этом первые порции фильтрата, 20—30 *мл*, отбрасывают).

Раствор из мерной колбы переводят в коническую колбу вместимостью 500 *мл*, обмывают мерную колбу водой, доводят объем жидкости до 200 *мл* и нагревают до температуры 60—70°С. Приливают 4—5 *мл* 25%-ного раствора аммиака, после чего добавляют, при энергичном помешивании, 20 *мл* 1,5%-ного раствора оксихинолина и нагревают на водяной бане при температуре 60—70°С в течение 5 *мин*.

1 *мл* раствора аммиака приливают и медленно, при помешивании, добавляют раствор оксихинолина до тех пор, пока жидкость над осадком оксихинолята магния не окрасится в желтый цвет. Следует избегать большого избытка оксихинолина ввиду возможности его осаждения с осадком оксихинолята магния.

После осаждения магния раствор нагревают в течение 10 *мин* на водяной бане при температуре 60—70°С и фильтруют горячий раствор через фильтр диаметром 11 *см* (белая лента). Колбу споласкивают над фильтром и осадок на фильтре промывают 5—6 раз водой, подогретой до температуры 40—60°С, переносят фильтр с осадком в колбу, в которой производилось осаждение, и растворяют осадок в 60 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты. В колбу приливают 200 *мл* воды и добавляют из бюретки, при перемешивании, 30 *мл* раствора бромид-бромата калия. Прибавив несколько капель индикатора метилового оранжевого, снова приливают раствор бромид-бромата до изменения красной окраски титруемого раствора в желтую.

Полноту бромирования оксихинолина проверяют добавлением нескольких капель раствора метилового оранжевого.

При наличии избытка свободного бромата красная окраска метилового оранжевого изменяется в желтую.

Убедившись в полноте бромирования, приливают 5 *мл* 10%-ного раствора йодистого калия, закрывают колбу пробкой, перемешивают и через 1 *мин* титруют раствором тиосульфата натрия сначала без крахмала до оттитровывания большей части йода, а затем добавляют 2—3 *мл* раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски.

Содержание окиси магния (X_{43}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{43}=\frac{(V-V_1)\cdot 0{,}001008\cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 0,2 н раствора бромид-бромата калия в *мл;*

V_1 — объем точно 0,2 н раствора тиосульфата натрия в *мл;*

0,001008 — количество MgO, соответствующее 1 *мл* раствора бромид-бромата калия, в *г*;

G — навеска, взятая для определения окиси магния, в *г*.

V. МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ХРОМИТОВЫХ РУД, ХРОМИТОВЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАСС И ХРОМОМАГНЕЗИТОВЫХ ИЗДЕЛИЙ

55. Определение потери при прокаливании по п. 7. Определение потери при прокаливании производят, как указано в п. 7. Температура при прокаливании навески должна быть в пределах 850—900°С.

56. Определение содержания двуокиси кремния

Применяемые реактивы

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—54.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, концентрированная и разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, концентрированная.

Кислота фтористоводородная, 40%-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 1%-ный раствор.

Описание определения

0,5 *г* пробы переносят в платиновый тигель, смешивают с 8—9 *г* пиросульфата калия и сплавляют в электрической муфельной печи или на газовой горелке при температуре 750—800°С. Нагревание тигля, особенно в начальной стадии сплавления, необходимо производить осторожно, чтобы не вызвать вспенивания расплава и выбрасывания его из тигля.

Для ускорения сплавления расплав перемешивают 2—3 раза вращением тигля при помощи щипцов.

Продолжительность сплавления в электрической муфельной печи примерно 20 *мин* на газовой горелке, при условии частого перемешивания расплава 15 *мин*. Разложение пробы может быть произведено также спеканием с 0,6 *г* соды при температуре 1000—1100°С в течение 2—3 *ч*.

Сплав после охлаждения переносят из тигля в стакан емкостью 300 *мл*, смывают горячей водой приставшие к стенкам тигля частицы сплава, приливают 25 *мл* соляной кислоты и нагревают на электроплитке до растворения сернокислых солей.

Раствор из стакана переводят в фарфоровую чашку и выпаривают досуха на водяной бане. При выпаривании раствора на его поверхности образуется пленка солей. При помощи стеклянной палочки пленку разрушают и измельчают образующиеся в конце выпаривания комочки солей. Сухой остаток в чашке смачивают 10 *мл* соляной кислоты и выпаривают досуха (до удаления запаха соляной кислоты). Чашку с сухим остатком нагревают в сушильном шкафу при температуре 110°С в течение часа.

Вынув чашку из шкафа, дают ей остыть до комнатной температуры, приливают 25 *мл* соляной кислоты, выдерживают в течение 10 *мин*, приливают 50—70 *мл* горячей воды, переме-

шивают, дают отстояться в течение 1—2 *мин* и фильтруют жидкость через фильтр диаметром 9 *см* (белая лента) в мерную колбу вместимостью 250 *мл*. Осадок в чашке промывают несколько раз декантацией горячей водой и затем переносят его на фильтр. Частички кремневой кислоты, приставшие к чашке, снимают при помощи слепка увлажненного кусочка фильтра.

Осадок на фильтре промывают горячей водой до исчезновения в промывных водах реакции на ион хлора (проба с 1%-ным раствором $AgNO_3$).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют, не допуская воспламенения фильтра, прокаливают при температуре 1000°С в течение 30 *мин*, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют (по 10 *мин*) до достижения постоянного веса. Взвешенный осадок смачивают несколькими каплями воды, добавляют 1—2 капли серной кислоты, 3—4 *мл* фтористоводородной кислоты и выпаривают содержимое тигля на электроплитке досуха. Тигель с сухим остатком прокаливают в течение 10 *мин* при температуре 1000°С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Содержание двуокиси кремния (X_{44}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{44}=\frac{(G_1-G_2)\cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес тигля с осадком до обработки фтористоводородной кислотой в *г*;

G_2 — вес тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой и прокаливания в *г*;

G — навеска пробы в *г*.

Остаток в тигле после определения двуокиси кремния сплавляют с 2 *г* пиросульфата калия. Сплав переносят в стакан, растворяют при нагревании в небольшом количестве разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, и раствор присоединяют к фильтрату после выделения кремневой кислоты, находящемуся в мерной колбе. Доводят водой объем жидкости в колбе до метки и перемешивают. Раствор используют для определения содержания суммы окиси алюминия, окиси железа и окиси хрома.

57. Определение содержания суммы окисей алюминия, железа и хрома

Применяемые реактивы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, концентрированная.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—60.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 3761—47, 2%-ный раствор, нейтрализованный аммиаком по метиловому красному.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 1%-ный раствор.

Описание определения

Из мерной колбы вместимостью 250 *мл* с фильтратом после выделения кремневой кислоты (по п. 56) отбирают 100 *мл* раствора, помещают в стакан вместимостью 300 *мл*, добавляют 4—5 *г* хлористого аммония, нагревают почти до кипения и приливают по каплям раствор аммиака до появления слабого запаха. Вскипятив раствор, фильтруют через фильтр диаметром 11 *см* (красная лента). Осадок на фильтре промывают 2 раза горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония Переносят фильтр с осадком в стакан, в котором производилось осаждение, приливают для растворения 10 *мл* соляной кислоты и 100 *мл* горячей воды и повторяют осаждение гидроокисей, как указано выше. Раствор фильтруют через фильтр 11 *см* (красная или белая лента), промывают осадок 2%-ным горячим раствором азотнокислого аммония до удаления ионов хлора (проба с 1%-ным раствором азотнокислого серебра, подкисленным азотной кислотой). Объединенные фильтраты после отделения гидроокисей используют для определения содержания окиси кальция по п. 62.

Фильтр с осадком гидроокисей слегка подсушивают, помещают во взвешенный платиновый тигель, озоляют и прокаливают осадок в течение 1,5 *ч* при температуре 1000—1100°С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют (по 10 *мин*) до достижения постоянного веса.

Содержание суммы окисей алюминия, железа и хрома (X_{45}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{45}=\frac{G_1 \cdot 2{,}5 \cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес осадка суммы окисей алюминия, железа и хрома в *г*;

2,5 — множитель для пересчета к объему раствора 250 *мл*;

G — навеска пробы в *г*.

58. Определение содержания окиси железа (объемный метод).

Применяемые реактивы

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—41.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—48. 10%-ный раствор.

Раствор закисной сернокислой соли титана, 0,05 н.

Приготовление, установка титра и хранение, как указано в п. 10*б*.

Описание определения

Из мерной колбы с фильтратом после выделения кремневой кислоты отбирают 100 *мл* раствора (п. 56) и помещают в коническую колбу вместимостью 250 *мл*. Приливают 5 *мл* 10%-ного раствора роданистого калия, прибавляют около 0,5 *г* углекислого натрия и титруют, при энергичном перемешивании, 0,05 н раствором сернокислой закисной соли титана до исчезновения красного окрашивания.

Содержание окиси железа (X_{46}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{46}=\frac{V\cdot T\cdot 2{,}5\cdot 100}{G},$$

где:

V — объем раствора сернокислой закисной соли титана, затраченный на титрование, в *мл*;

T — титр раствора сернокислой закисной соли титана, выраженный в *г* Fe_2O_3;

2,5 — множитель для пересчета к объему исходного раствора (250 *мл*);

G — навеска пробы в *г*.

59. Определение содержания окиси железа (из отдельной навески) бихроматным методом

Применяемые реактивы

Перекись натрия.

Кислота соляная, по ГОСТ 3118—46, разбавленная 1 : 1.

Раствор двухлористого олова (3 *г* двухлористого олова по ГОСТ 36—40 растворяют в 10 *мл* соляной кислоты и разбавляют раствор до 100 *мл* водой).

Ртуть хлорная, насыщенный раствор (30 *г* хлорной ртути растворяют в 500 *мл* горячей воды).

Смесь серной и фосфорной кислот (смешивают 100 *мл* разбавленной 1:1 серной кислоты с 100 *мл* разбавленной 1:1 фосфорной кислоты).

Дифениламин по ГОСТ 5825—51, 1%-ный раствор в серной кислоте.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—48, 0,05 н раствор.

Описание определения

0,5 *г* пробы сплавляют с 3—4 *г* сухой перекиси натрия в фарфоровом или никелевом тигле.

Сплав растворяют в 100 *мл* воды, раствор кипятят в течение 5 *мин* и затем отфильтровывают гидроокись железа. Осадок на фильтре промывают 8—9 раз горячей водой, смывают его с фильтра в коническую колбу вместимостью 500 *мл* и растворяют в 20 *мл* соляной кислоты.

Нагревают раствор до кипения и прибавляют к нему по каплям, при энергичном помешивании, раствор двухлористого олова до обесцвечивания жидкости и еще одну каплю избытка раствора двухлористого олова, после охлаждения сразу приливают 5 *мл* раствора хлорной ртути, перемешивают и дают отстояться 2—3 *мин*. Затем раствор разбавляют водой до 250—300 *мл*, приливают 20 *мл* сернофосфорной смеси, 2—3 капли раствора дифениламина и титруют 0,05 н раствором двухромовокислого калия до появления устойчивой сине-фиолетовой окраски раствора.

Содержание окиси железа (X_{47}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{47}=\frac{V\cdot 0{,}003992\cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 0,05 н раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование, в *мл*;

0,003992 — количество окиси железа, соответствующее 1 *мл* точно 0,05 н раствора двухромовокислого калия, в *г*;

G — навеска пробы в *г*.

60. Определение содержания окиси хрома

Применяемые реактивы

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—54.

Серная кислота по ГОСТ 4204—48, концентрированная.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 1%-ный раствор.

Раствор солей сернокислого кобальта и сернокислого никеля. 30 *г* сернокислого кобальта ($CoSO_4$) по ГОСТ 4462—48 и 30 *г* сернокислого никеля ($NiSO_4$) по ГОСТ 4465—61 растворяют в литре воды.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435—41, 1%-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—48, 10%-ный раствор.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 3766—47.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—48, 0,1 н раствор.

Соль Мора, 0,1 н раствор. 39 *г* соли Мора растворяют в 500 *мл* воды и 100 *мл* серной кислоты и доводят водой до литра.

Смесь Рейнгардта. 67 *г* сернокислого марганца по ГОСТ 435—41 растворяют в 500 *мл* воды, приливают 140 *мл* ортофосфорной кислоты и 130 *мл* серной кислоты, после охлаждения разбавляют водой до литра.

Описание определения

Взвешенный осадок суммы окисей алюминия, железа и хрома (п. 57) сплавляют с 4—5 *мл* пиросульфата калия. Остывший сплав переносят в стакан вместимостью 500 *мл*, обмывают тигель над стаканом горячей водой, охлаждают, добавляют 8—10 *мл* серной кислоты и нагревают до получения прозрачного раствора. Охлаждают до температуры 50—60°С, разбавляют водой примерно до объема 300 *мл*, приливают 7—8 *мл* 1%-ного раствора азотнокислого серебра (или раствора сернокислого кобальта и никеля), добавляют небольшими порциями 3—4 *г* надсернокислого аммония, 2—3 капли 1%-ного раствора сернокислого марганца и умеренно кипятят в течение 10 *мин* до окисления Cr^{+3} в Cr^{+6} и разрушения избытка надсернокислого аммония.

Полноту окисления хрома определяют по появлению малиновой окраски перманганата. Для разрушения перманганата добавляют 5 *мл* раствора хлористого натрия и кипятят 5—7 *мин*. Цвет раствора при этом изменяется от малиново-розового до оранжево-желтого. Выделившийся при разложении перманганата хлор удаляется при кипячении раствора.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают из бюретки 0,1 н раствор соли Мора до перехода окраски из желтой в голубовато-зеленую, после чего добавляют еще 5 *мл* раствора соли Мора, приливают 15 *мл* смеси Рейнгардта, перемешивают и титруют избыток соли Мора 0,1 н раствором марганцовокислого калия до появления фиолетово-розовой окраски.

Коэффициент соотношения растворов соли Мора и перманганата калия устанавливают следующим способом: в коническую колбу вместимостью 250 *мл* наливают из бюретки 25 *мл* раствора соли Мора и титруют раствором перманганата до появления слабо-розового окрашивания.

Коэффициент соотношения (K) определяют по формуле:

$$K=\frac{V}{V_1},$$

где:

V — объем раствора марганцовокислого калия, затраченный на титрование 25 *мл* раствора соли Мора, в *мл;*

V_1 — объем раствора соли Мора, взятый для титрования, в *мл.*

Содержание окиси хрома (X_{48}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{48}=\frac{(V\cdot K-V_1)\,T\cdot 2{,}5\cdot 100}{G},$$

где:

V — объем раствора соли Мора в *мл;*

K — коэффициент соотношения раствора соли Мора и марганцовокислого калия;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, затраченный на титрование избытка соли Мора, в *мл;*

T — титр раствора марганцовокислого калия, выраженный в *г* Cr_2O_3;

2,5 — множитель для пересчета к объему исходного раствора (250 *мл*);

G — навеска пробы в *г.*

61. Определение содержания окиси алюминия. После определения содержания окиси железа и окиси хрома вычисляют содержание в пробе окиси алюминия (X_{49}) в процентах по формуле:

$$X_{49}= (Al_2O_3 + Fe_2O_3 + Cr_2O_3) — (Fe_2O_3 + Cr_2O_3).$$

62. Определение содержания окиси кальция

Применяемые реактивы

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, концентрированная и разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, концентрированная, 5%-ный раствор.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—51, насыщенный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—48, 0,05 н раствор.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51, 0,1%-ный раствор (приготовление по п. 9).

Описание определения

Объединенные фильтраты после двукратного выделения гидроокисей железа, алюминия и хрома подкисляют в присутствии метилового красного соляной кислотой и выпаривают до объема 150—200 *мл*.

В нагретый до кипения раствор приливают 15—20 *мл* насыщенного раствора щавелевокислого аммония, снова нагревают до кипения и нейтрализуют раствором аммиака, приливая его по каплям, при помешивании, до перехода окраски раствора в желтый цвет. Затем добавляют еще немного раствора аммиака (до слабого запаха), накрывают стакан стеклом и дают отстояться 4 *ч* (первые 2 *ч* в теплом месте).

Раствор фильтруют через фильтр диаметром 9 *см* (белая или синяя лента). Осадок на фильтре промывают 2—3 раза водой и затем смывают его в стакан, в котором производилось осаждение кальция.

Фильтр промывают разбавленной 1 : 1 соляной кислотой и водой. Раствор разбавляют водой до 150 *мл*, нагревают до кипения, приливают 5 *мл* насыщенного раствора щавелевокислого аммония, снова доводят до кипения и нейтрализуют раствором аммиака, как при первом осаждении.

Раствору после осаждения кальция дают отстояться 2 *ч* при комнатной температуре, после чего фильтруют через фильтр диаметром 9 *см* (синяя или белая лента).

Стакан и осадок на фильтре промывают 6—8 раз водой и проверяют полноту промывания осадка от избытка щавелевокислого аммония, как описано в п. 13 *б*.

Промытый осадок вместе с фильтром переносят в стакан, в котором производилось осаждение кальция, приливают 10 *мл* 5%-ного раствора серной кислоты, подогретой до температуры 70—80°С; перемешивают до растворения осадка и титруют 0,05 н раствором марганцовокислого калия до появления неисчезающей в течение 1 *мин* бледно-розовой окраски.

Содержание окиси кальция (X_{50}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{50}=\frac{V\cdot T\cdot 2{,}5\cdot 100}{G},$$

где:

V — объем раствора марганцовокислого калия, затраченный на титрование осадка, в *мл;*

T — титр раствора марганцовокислого калия, выраженный в *г* CaO;

2,5— множитель для пересчета к объему исходного раствора (250 *мл*);

G — навеска пробы в *г*.

63. Определение содержания окиси магния

Применяемые реактивы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, концентрированная.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772—47, 10%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный и 2,5%-ный растворы.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 1%-ный раствор.

Описание определения

Фильтраты после двукратного осаждения кальция (п. 62) собирают в стакан вместимостью 500 *мл,* подкисляют 5 *мл* соляной кислоты и выпаривают до объема 200—250 *мл.* К горячему раствору, имеющему температуру 40—50°С, приливают 10%-ный раствор фосфорнокислого аммония (при анализе хромитовых руд — 20 *мл,* при анализе хромомагнезита — 35 *мл*); медленно приливают, при непрерывном помешивании раствора стеклянной палочкой, в присутствии метилового оранжевого 25%-ный раствор аммиака до изменения окраски индикатора и выпадения осадка. Затем добавляют избыток

аммиака по 20 *мл* на каждые 100 *мл* раствора и хорошо перемешивают в течение 3 *мин.*

Раствору с выделившимся осадком дают отстояться при комнатной температуре не менее 3 *ч* (в течение первого часа выстаивания раствор перемешивают через каждые 15 *мин*).

Раствор фильтруют через фильтр диаметром 11 *см* (белая или синяя лента). Смывают осадок со стакана на фильтр и промывают его 2,5%-ным раствором аммиака. После 8—10 промываний проверяют на отсутствие ионов хлора в промывных водах (проба с 1%-ным раствором азотнокислого серебра, подкисленным азотной кислотой).

Фильтр с осадком помещают во взвешенный фарфоровый тигель, озоляют и после полного выгорания частиц углерода прокаливают при температуре 950—1000°С в течение часа. Тигель с прокаленным осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют (по 10 *мин*) до достижения постоянного веса.

Содержание окиси магния (X_{51}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{51}=\frac{G_1\cdot 2{,}5\cdot 0{,}362\cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес осадка пиросульфата магния в *г*;

2,5 — множитель для пересчета к объему исходного раствора (250 *мл*);

0,362 — коэффициент пересчета пирофосфата магния на окись магния;

G — навеска пробы в *г*.

Ускоренные методы анализа

64. Определение содержания двуокиси кремния

Применяемые реактивы

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—54.
Кислота серная по ГОСТ 4204—48, концентрированная.
Кислота фтористоводородная, 40%-ный раствор.
Метиловый оранжевый, 0,2%-ный раствор.

Описание определения

0,5 *г* пробы сплавляют с пиросульфатом калия, как указано в п. 56. После сплавления тигель охлаждают. Переносят сплав в стакан вместимостью 300 *мл*, обмывают тигель горячей водой, охлаждают раствор и приливают 10 *мл* серной кислоты. Затем нагревают на электроплитке до начала выделения паров серной кислоты, периодически помешивая стеклянной палочкой содержимое стакана.

Как только начнут выделяться пары серной кислоты, снимают стакан с плитки, охлаждают его на листе асбеста, приливают при помешивании 100 *мл* воды и нагревают до растворения сернокислых солей алюминия, железа, хрома. Раствор фильтруют через фильтр диаметром 9 *см* (белая лента) и промывают осадок на фильтре горячей водой до тех пор, пока жидкость, стекающая с фильтра, не станет нейтральной (*проба с метиловым оранжевым*), после чего промывают осадок еще 3 раза водой.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель. Осторожно озоляют. Прокаливают при температуре 1000°С в течении 30 *мин*, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют (по 10 *мин*) до достижения постоянного веса.

Взвешенный осадок смачивают двумя каплями воды, прибавляют в тигель 1—2 капли серной кислоты, 2—3 *мл* фтористоводородной кислоты и выпаривают содержимое тигля досуха на электроплитке.

Тигель с сухим остатком прокаливают при температуре 1000°С в течение 10 *мин*, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Содержание двуокиси кремния (X_{52}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{52}=\frac{(G_1-G_2)\cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес тигля с осадком двуокиси кремния до обработки фтористоводородной кислотой в *г*;

G_2 — вес тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой и прокаливания в *г*;

G — навеска пробы в *г*.

Остаток в тигле после взвешивания сплавляют с 2 *г* пиросульфата калия, сплав растворяют в 50 *мл* 5%-ной серной кислоты при нагревании и присоединяют к фильтрату после выделения двуокиси кремния.

Фильтрат может быть использован для определения суммы окиси алюминия, окиси железа и окиси хрома по п. 59, а также для раздельных определений окиси железа и окиси хрома.

65. Определение содержания окиси железа из отдельной навески (объемный метод)

Применяемые реактивы

Пиросульфат калия и реактивы по п. 58.

Описание определения

0,2 *г* пробы сплавляют с 4—5 *г* пиросульфата калия, как описано в п. 56. Продолжительность сплавления составляет примерно 10 *мин*.

Остывший сплав переносят в коническую колбу вместимостью 250 *мл*, обмывают тигель горячей водой, охлаждают, приливают 10 *мл* серной кислоты и нагревают до растворения сернокислых солей. Охлаждают раствор, приливают к нему 100 *мл* воды, 5 *мл* 10%-ного раствора роданистого калия (или аммония), прибавляют 0,3—0,5 *г* карбоната натрия и титруют раствором сернокислой закисной соли титана до исчезновения красного окрашивания.

Содержание окиси железа (X_{53}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{53}=\frac{V\cdot T\cdot 100}{G},$$

где:

V — объем раствора сернокислой закисной соли титана, затраченный на титрование, в *мл*;

T — титр раствора сернокислой закисной соли титана, выраженный в *г* Fe_2O_3;

G — навеска пробы в *г*.

66. Определение содержания окиси хрома

Применяемые реактивы

Смесь серной и ортофосфорной кислот (140 *мл* ортофосфорной кислоты по ГОСТ 6552—58 и 60 *мл* серной кислоты по ГОСТ 4204—48) и реактивы по п. 60.

Описание определения

0,2 *г* пробы помещают в стакан или колбу вместимостью 500 *мл*, смачивают 5—7 каплями воды и вращением стакана распределяют пробу по всей поверхности дна. Приливают смесь фосфорной и серной кислот при анализе хромитов 40 *мл*, при анализе ромомагнезитов — 30 *мл*. Нагревают на электроплитке при температуре умеренного выделения паров серной кислоты из раствора, пока не исчезнут частички пробы на дне стакана. Как только заканчивается растворение пробы, стакан охлаждают на листе асбеста, затем приливают 200 *мл* воды и нагревают раствор в течение 5—10 *мин* при слабом кипячении для растворения сернокислых солей. Дальнейший ход анализа и расчет процентного содержания окиси хрома производят, как указано в п. 60.

67. Определение содержания окиси кальция в хромитовых рудах

Применяемые реактивы по п. 62.

Описание определения

1 *г* пробы помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 *мл*, приливают 25 *мл* соляной кислоты, закрывают колбу воронкой и умеренно кипятят на электроплитке в течение 20 *мин*. Добавляют в колбу 50 *мл* горячей воды, нейтрализуют раствором аммиака по метиловому оранжевому до щелочной реакции и слабого запаха аммиака, доводят до кипения и фильтруют через фильтр диаметром 9 *см* (белая лента). Осадок на фильтре промывают 5—6 раз горячей водой. Фильтрат нагревают до кипения, приливают при помешивании 15—20 *мл* насыщенного раствора щавелевокислого аммония и нагревают в течение 30 *мин*. Раствор после осаждения кальция охлаждают и отфильтровывают осадок через фильтр диаметром 9 *см* (белая лента).

Стакан и осадок на фильтре промывают 8—9 раз водой до удаления избытка щавелевокислого аммония и проверяют полноту промывания, как описано в п. 13*б*.

Фильтр с осадком помещают в стакан, в котором производилось осаждение кальция, приливают 100 *мл* 5%-ного раствора серной кислоты, нагретого до температуры 80—90°С, перемешивают до растворения осадка и титруют раствором марганцовокислого калия до появления неисчезающей в течение 1 *мин* бледно-розовой окраски.

Содержание окиси кальция (X_{54}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{54}=\frac{V\cdot T\cdot 100}{G},$$

где:

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, в *мл;*

T — титр раствора марганцовокислого калия, выраженный в *г* CaO;

G — навеска пробы в *г.*

68. Определение содержания окиси магния (объемный оксиновый метод).

Применяемые реактивы

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—54.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, концентрированная.

Реактивы по п. 54.

Описание определения

0,2 *г* пробы сплавляют с 4—5 *г* пиросульфата калия, как описано в п. 56. Продолжительность сплавления примерно 10—15 *мин.* Остывший сплав переносят в стакан вместимостью 250—300 *мл,* обмывают тигель горячей водой, охлаждают, приливают 10—15 *мл* серной кислоты и нагревают до растворения солей. Затем стакан снимают с плитки, охлаждают на асбесте, приливают 50—60 *мл* воды и 20 *мл* 25%-ного раствора хлористого аммония. Снова охлаждают раствор и осаждают раствором аммиака, алюминий, железо и хром в виде гидроокисей, нагревают до кипения, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 200 *мл,* доводят водой до метки и перемешивают.

Дальше ведут определение, как указано в п. 54, применяя следующее дополнение:

а) для осаждения магния в хромитах добавляют 20 *мл* раствора оксихинолина; для осаждения магния в хромомагнезитах с содержанием до 70% MgO добавляют 50 *мл* раствора оксихинолина;

б) вначале бромирования приливают 15 *мл* раствора бромид-бромата при анализе хромитов и 30 *мл* — при анализе хромомагнезитов.

VI. МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ДУНИТОВ, ОЛИВИНИТОВ, СЕРПЕНТИНИТОВ И ФОРСТЕРИТОВЫХ ОГНЕУПОРОВ

69. Определение потери при прокаливании Определение потери при прокаливании производят, как указано в п. 7.

70. Определение содержания двуокиси кремния. Определения производят, как указано в п. 8.

71. Определение содержания суммы окисей алюминия, железа и хрома. Определение производят, как указано в п. 57.

72. Определение содержания окиси железа (из отдельной навески). Определение производят, как указано в п. 10 *б*.

73. Определение содержания окиси хрома Определение производят, как указано в п. 60.

74. Определение содержания окиси алюминия. Определение производят, как указано в п. 61.

75. Определение содержания окиси кальция. Определение производят, как указано в п. 62.

76. Определение содержания окиси магния. Определение производят, как указано в п. 63.

77. Определение содержания закиси железа

Применяемые реактивы

Натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84—41, 5%-ный раствор.

Кислота соляная, разбавленная 1 : 1.

Смесь Рейнгардта (приготовление по п. 60).

Калий марганцовокислый, 0,05 н раствор.

Методика определения

0,5 *г* пробы помещают в коническую колбу вместимостью 500 *мл*, добавляют 4—5 *г* углекислого натрия, приливают 30 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и быстро закрывают колбу плотно пригнанной пробкой с гидравлическим затвором. В качестве жидкости в гидравлическом затворе применяют 5%-ный раствор углекислого натрия.

Конец трубки затвора должен быть на несколько миллиметров погружен в жидкость. Нагревают колбу, не доводя жидкость до кипения, пока не закончится разложение пробы.

Затем колбу снимают с нагревательного прибора, приливают 300 *мл* охлажденной свежепрокипяченной воды, добавляют 20—25 *мл* смеси Рейнгардта и титруют 0,05 н раствором марганцовокислого калия до неисчезающего бледно-розового окрашивания.

Содержание закиси железа (X_{55}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{55}=\frac{V\cdot T\cdot 100}{G},$$

где:

V — объем 0,05 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, в *мл;*

T — титр раствора марганцовокислого калия, выраженный в *г* FeO;

G — навеска пробы в *г*.

78. Определение содержания закиси марганца Определение производят, как указано в п. 15.

79. Допустимые расхождения при анализе огнеупорных глин, каолинов и высокоглиноземистых шамотных, графитошамотных и полукислых изделий должны соответствовать указанным в табл. 1.

Таблица 1

Определяемые компоненты пробы	Допустимые расхождения в абс. %		Примечание
	при анализе в двух параллельных навесках	между данными двух лабораторий	
Потеря при прокаливании	0,20	0,40	Для глин и каолинов
Потеря при прокаливании	0,10	0,20	Для шамотных, полукислых и глиноземистых, изделий
Двуокись кремния (SiO_2)	0,50	1,00	При определении ускоренным методом (по пп. 20 и 20*б*)
	0,30	0,60	При определении по п. 8
Двуокись титана (TiO_2)	0,15	0,30	

Продолжение

Определяемые компоненты пробы	Допустимые расхождения в абс. %		Примечание
	при анализе в двух параллельных навесках	между данными двух лабораторий	
Окись железа (Fe_2O_3)	0,15	0,30	
Окись алюминия (Al_2O_3)	0,50	1,00	
Окись кальция (CaO)	0,20	0,30	
Окись магния (MgO)	0,15	0,30	
Закись марганца (MnO)	0,10	0,15	
Сумма щелочных металлов (Na_2O+K_2O)	0,20	0,40	
Окись калия (K_2O)	0,15	0,30	

80. Допустимые расхождения при анализе кварцита и динаса должны соответствовать указанным в табл. 2.

Таблица 2

Определяемые компоненты пробы	Допустимые расхождения в абс. %	
	при анализе в двух параллельных навесках	между данными двух лабораторий
Потеря при прокаливании	0,10	0,20
Двуокись кремния (SiO_2)	0,30	0,60
Двуокись титана (TiO_2)	0,10	0,20
Окись железа (Fe_2O_3)	0,10	0,20
Окись алюминия (Al_2O_3)	0,15	0,30
Окись кальция (CaO)	0,20	0,30
Окись магния (MgO)	0,10	0,20
Окись марганца (MnO)	0,10	0,15
Сумма щелочных металлов (Na_2O+K_2O)	0,10	0,20

81. Допустимые расхождения при анализе сырого и каустического магнезита, металлургического порошка и изделий из магнезита должны соответствовать указанным в табл. 3.

Таблица 3

Определяемые компоненты пробы	Допустимые расхождения		Примечание
	при анализе в двух параллельных навесках	между данными двух лабораторий	
Потеря при прокаливании	0,25	0,50	При определении в сыром магнезите
Потеря при прокаливании	0,20	0,40	В обожженном материале
Двуокись кремния (SiO_2)	0,20	0,30	
Окись алюминия (Al_2O_3)	0,20	0,30	
Окись железа (Fe_2O_3)	0,10	0,20	
Окись кальция (CaO)	0,20	0,30	
Окись магния (MgO)	0,30	0,60	При определении в сыром магнезите
	0,50	1,00	При определении в обожженном магнезите

82. Допустимые расхождения при анализе хромитовых руд, хромитовых огнеупорных масс и магнезитохромитовых изделий должны соответствовать указанным в табл. 4.

Таблица 4

Определяемые компоненты пробы	Допустимые расхождения в абс. %	
	при анализе в двух параллельных навесках	между данными двух лабораторий
Потеря при прокаливании	0,20	0,40
Двуокись кремния (SiO_2)	0,20	0,30

Продолжение

Определяемые компоненты пробы	Допустимые расхождения в абс. %	
	при анализе в двух параллельных навесках	между данными двух лабораторий
Окись хрома (Cr_2O_3)	0,30	0,60
Окись железа (Fe_2O_3)	0,20	0,40
Окись алюминия (Al_2O_3)	0,40	0,60
Окись кальция (CaO)	0,20	0,30
Окись магния (MgO)	0,30	0,60

83. Допустимые расхождения при анализе дунитов, оливинитов, серпентинитов и форстеритовых огнеупоров должны соответствовать указанным в табл. 5.

Таблица 5

Определяемые компоненты пробы	Допустимые расхождения в абс. %	
	при анализе в двух параллельных навесках	между данными двух лабораторий
Потеря при прокаливании	0,20	0,40
Двуокись кремния (SiO_2)	0,25	0,50
Окись хрома (Cr_2O_3)	0,10	0,15
Окись алюминия (Al_2O_3)	0,30	0,5
Окись кальция (CaO)	0,20	0,30
Окись магния (MgO)	0,30	0,60
Закись марганца (MnO)	0,10	0,15
Закись железа (FeO)	0,30	0,50

Замена

ГОСТ 3773—60 введен взамен ГОСТ 3773—47.
ГОСТ 4465—61 введен взамен ГОСТ 4465—48.

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

I. Общие положения 1

II. Методы химического анализа огнеупорных глин, каолинов, шамотных, графито-шамотных и полукислых изделий, кварцитов и динасовых изделий 2

Определение содержания гигроскопической влаги 2
Определение потери при прокаливании 3
Определение содержания двуокиси кремния 3
Определение содержания суммы окисей алюминия, железа и двуокиси титана 5
Определение содержания окиси железа 7
Определение содержания двуокиси титана (колориметрический метод) 10
Определение содержания окиси алюминия 12
Определение содержания окиси кальция 12
Определение содержания окиси магния 14
Определение содержания закиси марганца 16
Определение содержания общей серы 17
Определение содержания суммы окислов щелочных металлов ($Na_2O + K_2O$) 18
Определение содержания окиси калия 19
Определение содержания окиси натрия 21

Ускоренные методы анализа глин, каолинов, шамотных, графито-шамотных и полукислых изделий

Определение содержания двуокиси кремния 21
Определение содержания окиси железа, двуокиси титана и окиси алюминия (из одной навески) 24
Определение содержания окиси железа 25
Определение содержания двуокиси титана (колориметрический метод) 27
Определение содержания окиси алюминия (объемный оксиновый метод) 28

Ускоренные методы анализа динаса и кварцита

Определение содержания двуокиси кремния (фторидно-азотнокислый метод для динаса и кварцита) 32
Определение содержания окиси железа и двуокиси титана (из одной навески) 33
Определение содержания окиси железа (колориметрический метод) . 34
Определение содержания двуокиси титана (колориметрический метод) 35
Определение содержания окиси алюминия (объемный фторидный метод) 35
Определение содержания окиси кальция 37

III. Методы химического анализа глинозема и высокоглиноземистых огнеупорных материалов и изделий 38

Определение потери при прокаливании 38
Определение содержания двуокиси кремния 38
Определение содержания суммы окисей железа, алюминия и двуокиси титана 40

Стр.

Определение содержания окиси железа (колориметрический метод) . 41
Определение содержания двуокиси титана (колориметрический метод) 42
Определение содержания окиси алюминия 43
Определение содержания окиси кальция 43
Определение содержания окиси магния 43
Определение содержания суммы окислов щелочных металлов ($Na_2O + K_2O$) 43

Ускоренные методы анализа

Определение содержания окиси железа, двуокиси титана и окиси алюминия (из одной навески) 43
Определение содержания окиси железа (колориметрический метод) . 44
Определение содержания двуокиси титана (колориметрический метод) 44
Определение содержания окиси алюминия 45

IV. Методы химического анализа сырого и каустического магнезита, магнезитовых изделий, металлургического порошка и изделий из магнезита 46

Определение потери при прокаливании 46
Определение содержания двуокиси кремния 46
Определение содержания суммы окисей железа и алюминия . . 47
Определение содержания окиси железа (колориметрический метод) . 49
Определение содержания окиси алюминия 49
Определение содержания окиси кальция 49
Определение содержания окиси магния 50
Определение содержания закиси марганца (при содержании более 1%) 52

Ускоренные методы анализа

Определение содержания двуокиси кремния 53
Определение содержания окиси железа (объемный метод) . . . 55
Определение содержания окиси магния (объемный оксихинолиновый метод) 55

V. Методы химического анализа хромитовых руд, хромитовых огнеупорных масс и хромомагнезитовых изделий 57

Определение потери при прокаливании по п. 7 57
Определение содержания двуокиси кремния 58
Определение содержания суммы окисей алюминия, железа и хрома . 59
Определение содержания окиси железа (объемный метод) . . . 61
Определение содержания окиси железа (из отдельной навески) бихроматным методом 61
Определение содержания окиси хрома 63
Определение содержания окиси алюминия 64
Определение содержания окиси кальция 65
Определение содержания окиси магния 66

Ускоренные методы анализа

Определение содержания двуокиси кремния 67
Определение содержания окиси железа из отдельной навески (объемный метод) 69
Определение содержания окиси хрома 69
Определение содержания окиси кальция в хромитовых рудах . . . 70
Определение содержания окиси магния (объемный оксиновый метод) 71

Стр.

VI Методы химического анализа дунитов, оливинитов, серпентинитов и форстеритовых огнеупоров 72

Определение потери при прокаливании 72
Определение содержания двуокиси кремния 72
Определение содержания суммы окисей алюминия, железа и хрома . 72
Определение содержания окиси железа (из отдельной навески) . . 72
Определение содержания окиси хрома 72
Определение содержания окиси алюминия 72
Определение содержания окиси кальция 72
Определение содержания окиси магния 72
Определение содержания закиси железа 72
Определение содержания закиси марганца 73

gost.e-ecolog.ru

Стандартгиз. Сдано в наб. 5/X 1961 г. Подп. к печ. 11/XI 1961 г. 5 п. л. Тир. 6000

Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2300