УДК 666.76:543.06:006.354 Группа И29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

Методы определения окиси кальция

Refractory materials and products. Methods for the determination of calcium oxide

ГОСТ 2642.7—86

(СТ СЭВ 2220—80, СТ СЭВ 4549—84, СТ СЭВ 4551—84)

ОКСТУ 1509

Взамен ГОСТ 2642.7—81

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1986 г. № 1312 срок действия установлен

с 01.07.87
до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземо-известковые, известковые, магнезиальные, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные, магнезиально-известковые и карбидкремниевые и устанавливает методы определения окиси кальция: комплексонометрические при массовой доле окиси кальция от 0,2 до 99% для всех типов огнеупорных материалов и изделий; комплексонометрический метод для анализа огнеупорных материалов и изделий, содержащих хром и хромовые руды, при массовой доле окиси кальция от 1 и более 45% и комплексонометрический метод для кремнеземистых огнеупорных материалов и изделий с массовой долей двуокиси кремния 80% и более, а также карбидкремниевых огнеупорных материалов и изделий при массовой доле окиси кальция до 6%; атомно-абсорбционные методы для кремнеземистых огнеупорных материалов и изделий с массовой долей двуокиси кремния 80% и более при массовой доле окиси кальция до 5% и для кремнеземистых, алюмосиликатных, глиноземистых и магнезиальных огнеупорных материалов и изделий при массовой доле окиси кальция от 0,075 до 15%.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2220—80, СТ СЭВ 4549—84, СТ СЭВ 4551—84.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2642.0—86.

2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ

(при массовой доле окиси кальция от 0,2 до 99%)

2.1. **Сущность метода**

Метод основан на прямом комплексонометрическом титровании ионов кальция раствором трилона Б с использованием в качестве индикатора кислотного хромтемносинего или смеси флуорексона с тимолфталеином. И на обратном комплексонометрическом титровании с использованием в качестве второго титранта раствора хлористого кальция и индикатора кислотного хром синечерного для определения массовой доли окиси кальция в магнезиальных материалах и огнеупорных изделиях.

2.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 1000—1100 °С.

Тигли платиновые № 100—7 и 100—10 по ГОСТ 6563—75.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоживают при (400±20) °С.

Калий углекислый по ГОСТ 4221—76.

Смесь для сплавления: углекислый натрий, тетраборнокислый натрий безводный и углекислый калий смешивают в соотношении 1:1:1.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Смесь для сплавления: углекислый натрий и тетраборнокислый натрий безводный смешивают в соотношении 2:1.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1 и 1:3. Уротропин фармакопейный, раствор 300 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор 300 г/дм^3; хранят в полиэтиленовом сосуде.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Сахароза по ГОСТ 5833—75.

Триэтаноламин, разбавленный 1:3, способ очистки по ГОСТ 24523.4—80.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Индикатор малахитовый зеленый, спиртовый раствор 2 г/дм^3.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72 и раствор 250 г/дм³.

Индикаторная бумага конго.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, растворы молярной концентрации эквивалента 0,025 моль/дм³ и 0,05 моль/дм³.

Индикатор флуорексон.

Индикатор тимолфталеин.

Индикаторная смесь: 0,1 г флуорексона и 0,1 г тимолфталеина растирают в фарфоровой ступке с 20 г хлористого калия.

Индикатор кислотный хромтемносиний.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора кислотного хромтемносинего растирают в фарфоровой ступке с 10 г хлористого калия.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм³.

Стандартный раствор окиси кальция: 5,0044 г углекислого кальция, высушенного при (110±5) °С до постоянной массы, осторожно растворяют в стакане в 30 см³ соляной кислоты (1:1). Углекислый газ удаляют кипячением. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой, перемешивают (раствор А).

Массовую концентрацию стандартного раствора А окиси кальция (C) в г/см³ окиси кальция вычисляют по формуле

$$C = \frac{56{,}08 \cdot 0{,}05}{1000},$$

где 56,08 — молекулярная масса окиси кальция, г;

0,05 — молярность стандартного раствора окиси кальция.

2.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси кальция при прямом титровании

В коническую колбу вместимостью 300 см³ отмеряют пипеткой 10 см³ стандартного раствора окиси кальция, прибавляют 100 см³ воды, 1—2 капли раствора индикатора малахитового зеленого, нейтрализуют раствором гидроокиси калия до обесцвечивания раствора, затем добавляют в избыток 20 см³ этого раствора для установления pH 12—13.

Добавляют 0,1—0,15 г индикаторной смеси кислотного хромтемносинего и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из сиреневой в синюю. В случае использования индикаторной смеси флуорексон с тимолфталеином титруют до перехода флуоресцирующей зеленой окраски в фиолетовую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C_1) в г/см³ окиси кальция вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{10 \cdot C}{V},$$

где C — массовая концентрация стандартного раствора, г/см^3 окиси кальция;

10 — объем стандартного раствора окиси кальция, см^3;

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

2.3. **Проведение анализа**

2.3.1. Навеску материала массой 0,2—0,25 г помещают в платиновый тигель № 100—7, смешивают с 4—5 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при (1000±50) °С в течение 10—30 мин до получения прозрачного расплава. Для хромсодержащих огнеупорных материалов и изделий допускается сплавление навески с 4—5 г пиросернокислого калия.

Остывший сплав вместе с тиглем опускают в стакан, в который предварительно налито 60 см^3 соляной кислоты (1:3), растворение заканчивают на электроплитке со слабым нагревом. Вынимают тигель, сполоснув его водой. В полученный раствор приливают 15—20 см^3 раствора хлористого аммония, нагревают до 40—50°С, осаждают сумму полуторных окислов и кремниевую кислоту раствором аммиака, приливая его до слабого запаха. Раствор с осадком выдерживают 5—10 мин на электроплитке без кипения. Допускается проводить осаждение полуторных окислов раствором уротропина: в полученный раствор после растворения сплава добавляют 2 г хлористого аммония и нейтрализуют раствором аммиака до сиреневого цвета бумаги конго, приливают 20 см^3 раствора уротропина и оставляют на 10 мин на электроплитке при температуре не выше 70 °С. Далее анализ полученных растворов ведут одинаково.

Раствор охлаждают, вводят 0,2—0,5 г сахарозы, 3—5 см^3 раствора триэтаноламина (1:3) и вместе с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Отфильтровывают через сухой фильтр, отбросив две первые порции фильтрата. Аликвотную часть раствора, равную 50 или 100 см^3, используют для определения окиси кальция, оставшуюся часть раствора используют для определения окиси магния.

Для определения окиси кальция и магния могут быть использованы аликвотные части растворов, полученных по ГОСТ 2642.3—86, разд. 2, 5, 8, 10 и ГОСТ 2642.4—86, разд. 3.

В отобранную для определения окиси кальция аликвотную часть раствора прибавляют 1—2 капли индикатора малахитового зеленого, нейтрализуют раствором гидроокиси калия до обесцвечивания раствора, приливают в избыток 15—20 см^3 раствора гидроокиси калия для установления pH 12—13, а затем добавляют 0,1—0,15 г индикаторной смеси кислотного хромтемносинего и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из сиреневой в синюю.

В случае использования индикаторной смеси флуорексона с тимолфталеином титруют до перехода флуоресцирующей зеленой окраски раствора в фиолетовую.

В зависимости от массовой доли окиси кальция применяют растворы трилона Б различных концентраций. При массовой доле окиси кальция от 0,3 до 5% применяют раствор трилона Б 0,025 моль/дм^3, от 5 до 99% — 0,05 моль/дм^3.

2.3.2. Определение массовой доли окиси кальция в магнезиальных огнеупорных материалах и изделиях выполняют методом обратного комплексонометрического титрования по ГОСТ 24523.4—80.

При массовой доле окиси кальция свыше 3% добавляют 20 см^3 раствора трилона Б.

2.4. **Обработка результатов**

2.4.1. Массовую долю окиси кальция (X) при прямом методе титрования в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot C_1 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot V_2},$$

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

C_1 — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см^3 окиси кальция;

250 — объем исходного раствора, см^3;

m — масса навески, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см^3.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси кальция, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,2 до 0,4 включ.	0,06
Св. 0,4 » 0,7 »	0,08
» 0,7 » 2,0 »	0,10
» 2,0 » 5,0 »	0,20
» 5,0 » 15,0 »	0,30
» 15,0 » 45,0 »	0,4
» 45,0 » 99,0 »	0,5

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ В ХРОМСОДЕРЖАЩИХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

3.1. **Сущность метода**

В фильтрате после отделения гидроокисей уротропином определяют окись кальция обратным титрованием избытка раствора

трилона Б раствором хлористого кальция при pH 12—13 с флуорексоном в качестве индикатора.

3.2. **Реактивы и растворы**

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, предварительно обезвоживают в платиновой чашке на электрической плите и потом в электрической печи при постепенном повышении температуры от 600 до (900±50) °С. Полученный плавленый тетраборнокислый натрий охлаждают, растирают в порошок и сохраняют в банке для сыпучего материала или в эксикаторе.

Смесь для сплавления: углекислый натрий и тетраборнокислый натрий безводный смешивают в соотношении 2:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1 и 1:9.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Уротропин (гексаметилентетрамин), раствор 300 г/дм^3.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор 200 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Малахитовый зеленый, индикатор спиртовый раствор 5 г/дм^3.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Индикатор флуорексон или препарат фирмы «Chemapol» (ЧССР), смесь с хлористым калием в соотношении 1:100.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Кальций хлористый, раствор молярной концентрации 0,025 моль/дм^3: 2,5023 г углекислого кальция, предварительно высушенного при (110±5) °С до постоянной массы, растворяют в стакане вместимостью 400 см^3 в минимальном количестве 30—50 см^3 раствора соляной кислоты (1:1). Углекислый газ удаляют кипячением. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор хлористого кальция с массовой долей окиси кальция 0,001402 г/см^3. Коэффициент пересчета с углекислого кальция на окись кальция равен 0,5604.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор молярной концентрации 0,025 моль/дм^3: 9,3056 г трилона Б растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой, перемешивают. Раствор хранят в сосуде из пластмассы.

3.3. **Проведение анализа**

Навеску материала массой 0,25 г смешивают в платиновом тигле с 4—6 г смеси для сплавления. Сплавляют в течение 1 ч при (1100±50) °С до образования прозрачного расплава.

После охлаждения сплав растворяют раствором соляной кислоты (1:1) при слабом нагревании. Прибавляют по каплям перекись водорода для восстановления хрома до трехвалентного со-

стояния, нейтрализуют раствором гидроокиси калия до появления осадка, который растворяют несколькими каплями раствора соляной кислоты (1:1). Приливают раствор уротропина до полного осаждения гидроокисей и еще 15—20 см³ в избыток, нагревают до температуры не выше 70 °С от 10 до 15 мин. Охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки, перемешивают и дают осадку отстояться. Отфильтровывают через сухой фильтр, отбросив первую порцию фильтрата. Остальной фильтрат используют для определения окисей кальция и магния.

Для определения окиси кальция 100 см³ фильтрата переносят в коническую колбу вместимостью 500—600 см³ и доводят водой до 200 см³. Затем из бюретки прибавляют 25 см³ 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б, несколько капель раствора малахитового зеленого, добавляют раствор гидроокиси калия до обесцвечивания и еще 20 см³ в избыток для установления pH 12—13.

Добавляют небольшое количество смеси флуорексона с хлористым калием и избыток раствора трилона Б оттитровывают 0,025 моль/дм³ раствором хлористого кальция до изменения розовой окраски в флуоресцирующую желто-зеленую.

Объем раствора хлористого кальция 0,025 моль/дм³, расходуемого на титрование 25 см³ 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б, устанавливают при контрольном опыте в тех же условиях.

Для определения окисей кальция и магния может быть использован раствор после выделения двуокиси кремния и отделения гидроокисей (ГОСТ 2642.3—86 или ГОСТ 2642.4—86).

В этом случае используют весь раствор (фильтрат) и поступают, как указано выше.

3.4. **Обработка результатов**

3.4.1. Массовую долю окиси кальция (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot V_3 \cdot 0{,}001402}{V_4 \cdot m} \cdot 100,$$

где V_1 — объем 0,025 моль/дм³ раствора хлористого кальция, израсходованный на титрование 25 см³ 0,025 моль/дм³ трилона Б в контрольном опыте, см³;

V_2 — объем 0,025 моль/дм³ раствора хлористого кальция, израсходованный на титрование, см³;

V_3 — общий объем исходного раствора, см³;

V_4 — объем аликвотной части исходного раствора, см³;

m — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси кальция, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 1,0 включ.	0,08
Св. 1,0 » 2,0 »	0,10
» 2,0	0,15

4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ В КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ 80% И БОЛЕЕ И КАРБИДКРЕМНИЕВЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси кальция до 6%)

4.1. **Сущность метода**

Метод основан на определении окиси кальция комплексонометрическим титрованием флуорексоном или смесью флуорексона и тимолфталексона в качестве индикатора.

4.2. **Реактивы и растворы**

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1:10.

Калия гидроокись по ГОСТ 24360—80, раствор 200 г/дм^3.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Триэтаноламин, раствор 1:4.

Индикатор флуорексон.

Индикатор тимолфталексон.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Смесь индикаторная: флуорексон с хлористым калием в соотношении 1:100 или смесь флуорексона с тимолфталексоном и хлористым калием в соотношении 1:1:100.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Индикатор малахитовый зеленый, спиртовый раствор 2 г/дм^3.

Кальций хлористый, раствор: 0,8924 г углекислого кальция, высушенного при (110±5)°С до постоянной массы, переносят в высокий стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в 100 см^3 раствора соляной кислоты. Двуокись углерода из раствора удаляют нагреванием раствора почти до кипения, затем раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор содержит 0,0005 г/см^3 окиси кальция.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор молярной концентрации 0,01 моль/дм^3: 3,73 г трилона Б растворяют в

300 см³ воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C_1) в г/см³ окиси кальция вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{V \cdot C}{V_1},$$

где V — объем раствора хлористого кальция, см³;

C — массовая концентрация стандартного раствора хлористого кальция, г/см³ окиси кальция;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

4.3. **Проведение анализа**

Из исходного раствора, полученного для кремнеземистых материалов по ГОСТ 2642.3—86, а для карбидкремниевых материалов по ГОСТ 10153—70, отмеряют в коническую колбу пипеткой аликвотную часть раствора, содержащую до 0,012 г окиси кальция, доливают водой до объема 150 см³, добавляют несколько капель раствора малахитового зеленого, 15 см³ раствора триэтаноламина (1:4) и при непрерывном перемешивании добавляют медленно раствор гидроокиси калия до обесцвечивания раствора, затем добавляют еще 20 см³ раствора гидроокиси калия в избыток. В раствор добавляют 0,1—0,15 г индикаторной смеси флуорексона с хлористым калием или флуорексона с тимолфталексоном и хлористым калием и на черном фоне титруют раствором трилона Б до исчезновения зеленой флуоресценции.

Чтобы добиться большей интенсивности флуоресценции, следует применять для освещения раствора источник света с синим светофильтром и светопропускаемостью около 490 нм. Свет должен в этом случае падать в направлении, перпендикулярном оси наблюдения.

4.4. **Обработка результатов**

4.4.1. Массовую долю окиси кальция (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_2 \cdot C_1 \cdot V_3}{V_4 \cdot m} \cdot 100,$$

где V_2 — общий объем исходного раствора, см³;

C_1 — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см³ окиси кальция;

V_3 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

V_4 — объем аликвотной части исходного раствора, см³;

m — масса навески, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси кальция, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 1,0 включ.	0,08
Св. 1,0 до 2,0 »	0,10
» 2,0 » 6,0 »	0,20

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ В КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ 80% И БОЛЕЕ

(при массовой доле окиси кальция до 5%)

5.1. **Сущность метода**

Метод основан на разложении пробы смесью фтористоводородной и хлорной кислот и измерении атомной абсорбции кальция в пламени ацетилен—воздух при длине волны 422,7 нм.

5.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для кальция.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Кислота хлорная.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Окись лантана.

8-Оксихинолин по ГОСТ 5847—76.

Стандартный раствор окиси кальция с массовой концентрацией окиси кальция 0,0005 г/см^3: 0,8924 г углекислого кальция переносят в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 20 см^3 раствора соляной кислоты. После растворения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают (раствор А).

Стандартный раствор окиси кальция с массовой концентрацией окиси кальция 0,00001 г/см^3: 20 см^3 раствора А отмеряют пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой, перемешивают (раствор Б).

Добавочный раствор 11,7 г окиси лантана и 100 г оксихинолина растворяют в 1000 см^3 раствора соляной кислоты.

5.3. **Проведение анализа**

5.3.1. В платиновой тигель помещают навеску пробы массой 0,2 г (при предполагаемом содержании окиси кальция свыше 3% применяют навеску 0,1 г), добавляют 3 см^3 хлорной кислоты и 10 см^3 фтористоводородной кислоты и нагревают на песчаной ба-

не до образования белых паров хлорной кислоты. После охлаждения тигля добавляют снова 3 см³ хлорной кислоты и 10 см³ раствора фтористоводородной кислоты и на песчаной бане выпаривают досуха.

После охлаждения растворяют содержимое тигля в стакане вместимостью 250 см³ в 20 см³ раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Из этого раствора отмеряют в мерную колбу вместимостью 100 см³ пипеткой аликвотную часть, содержащую не более 0,0005 г окиси кальция, добавляют 10 см³ добавочного раствора, доливают до метки и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию одновременно в растворе пробы, растворах для построения градуировочного графика и растворе контрольного опыта при длине волны 422,7 нм.

5.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют пипеткой 5; 10; 20; 30; 40 и 50 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000050; 0,000100; 0,000200; 0,000300; 0,000400 и 0,000500 г окиси кальция. Во все колбы прибавляют пипеткой по 10 см³ добавочного раствора, колбы доливают до метки водой и перемешивают. Далее поступают, как указано в п. 5.3.1. По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям окиси кальция в граммах строят градуировочный график.

5.4. **Обработка результатов**

5.4.1. Массовую долю окиси кальция (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(C - C_1) \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация окиси кальция в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_1 — концентрация окиси кальция в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — общий объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля окиси кальция, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 0,2 включ.	0,03
Св. 0,2 » 0,5 »	0,05
» 0,5 » 1,0 »	0,08
» 1,0 » 2,0 »	0,10
» 2,0 » 5,0 »	0,20

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ В КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ, АЛЮМОСИЛИКАТНЫХ, ГЛИНОЗЕМИСТЫХ И МАГНЕЗИАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛАХ

(при массовой доле окиси кальция от 0,075 до 15%)

6.1. **Сущность метода**

Метод основан на разложении пробы смесью фтористоводородной и серной кислот и измерении атомной абсорбции кальция в пламени закись азота—ацетилен или воздух—ацетилен при длине волны 422,7 нм.

6.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Чашки платиновые № 118—3 по ГОСТ 6563—75 или чашки из стеклоуглерода № 2.

Сушильный шкаф с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева (110±5) °С.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева (600±50) °С.

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения кальция.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Окись лантана или соли лантана, раствор с массовой концентрацией лантана 0,1 г/см^3: 29,25 г окиси лантана растворяют в 50 см^3 соляной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор хлористого лантана с массовой концентрацией лантана 0,1 г/см^3.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Стандартный раствор окиси кальция с массовой концентрацией окиси кальция 0,001 г/см^3: 1,7852 г углекислого кальция, предварительно высушенного при (105±5) °С в течение 1 ч, помещают в стакан вместимостью 350—400 см^3, приливают 100 см^3 воды, затем по каплям раствор соляной кислоты (1:1), нагревают до полного растворения. Раствор кипятят в течение 3—4 мин, охлажда-

ют, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки, перемешивают (раствор А).

Стандартный раствор окиси кальция с массовой концентрацией окиси кальция 0,00005 г/см^3: 25 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой, перемешивают (раствор Б).

6.2.1. Приготовление серии градуировочных стандартных растворов окиси кальция

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0; 20,0 см^3 стандартного раствора Б окиси кальция, что соответствует 0,000025; 0,000050; 0,000075; 0,000100; 0,000150; 0,000200; 0,000400; 0,000600; 0,000800; 0,001000 г окиси кальция. К растворам добавляют по 5 см^3 раствора лантана, доливают до метки водой, перемешивают.

6.3. **Проведение анализа**

6.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку или в чашку из стеклоуглерода, смачивают водой, приливают 15 см^3 фтористоводородной кислоты, 2—3 см^3 серной кислоты и выпаривают на закрытой электроплитке при периодическом помешивании до появления паров серного ангидрида. Чашку охлаждают, обмывают стенки водой и выпаривают содержимое чашки досуха. Сухой остаток прокаливают в муфельной печи при (600±50) °С в течение 2—3 мин. Остаток при нагревании растворяют в 20—30 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, тщательно очищая дно и стенки чашки стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Раствор кипятят 8—10 мин, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают. Затем фильтруют через двойной сухой фильтр «синяя лента», отбрасывая первые две порции фильтрата.

6.3.2. В зависимости от массовой доли окиси кальция в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают аликвотную часть фильтрата в соответствии с табл. 5, добавляют 5 см^3 раствора лантана, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 5

Массовая доля окиси кальция, %	Аликвотная часть, см^3
От 0,05 до 0,7	50
Св. 0,7 » 3,5	10
» 3,5 » 7	5
» 7 » 15	2

Измеряют абсорбцию кальция в пламени закись азота—ацетилен или ацетилен—воздух при длине волны 422,7 нм.

Измерение проводят методом ограничивающих растворов. После каждого измерения распыляют воду и проверяют нуль прибора.

6.4. **Обработка результатов**

6.4.1. Массу окиси кальция (m) в граммах в аликвотной части анализируемого раствора вычисляют по формуле

$$m = m_1 + \frac{(m_2 - m_1)(A - A_1)}{(A_2 - A_1)},$$

где m_1 и m_2 — масса окиси кальция в градуировочных растворах, $(m_2 > m_1)$, г;

A — атомное поглощение анализируемого раствора;

A_1, A_2 — атомное поглощение градуировочных стандартных растворов.

6.4.2. Массовую долю окиси кальция (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m \cdot V \cdot 100}{m_3 \cdot V_1},$$

где m — масса окиси кальция в аликвотной части анализируемого раствора, г;

V — общий объем исходного раствора, см^3;

m_3 — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

6.4.3. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 6.

Таблица 6

Массовая доля окиси кальция, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,075 до 0,2 включ.	0,03
Св. 0,2 » 0,5 »	0,06
» 0,5 » 1,0 »	0,10
» 1,0 » 2,0 »	0,15
» 2,0 » 4,0 »	0,20
» 4,0 » 8,0 »	0,30
» 8,0 » 15,0 »	0,4

7. УСКОРЕННЫЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ В МАГНЕЗИАЛЬНЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси кальция от 2 до 15%)

7.1. **Сущность метода**

Метод основан на определении окиси кальция комплексонометрическим титрованием с эрнохром сине-черным Р в качестве индикатора.

7.2. **Реактивы и растворы**

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:3.

Триэтаноламин, разбавленный 1:1.

Индикатор эриохром сине-черный Р.

Калий гидроокись по ГОСТ 24368—80, раствор 200 г/дм^3; хранят в полиэтиленовом сосуде.

Сахароза по ГОСТ 5833—75, раствор 20 г/дм^3.

Индикатор флуорексон.

Индикатор тимофталеин.

Индикатор кислотный хромтемносиний.

Индикаторная бумага конго.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор молярной концентрации 0,0125 моль/дм^3.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора эриохром сине-черного Р растирают в фарфоровой ступке с 30 г хлористого натрия.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

7.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси кальция

Массовую концентрацию раствора трилона Б, в г/см^3 окиси кальция, устанавливают по разд. 2.

В качестве индикатора применяют эриохром сине-черный и титруют до перехода окраски раствора из малиновой в голубую.

7.3. **Проведение анализа**

Навеску материала массой 0,1 г, взятую в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 15 см^3 соляной кислоты (1:3), закрывают колбу шариковым воздушным холодильником и умеренно кипятят в течение 5 мин на электроплитке слабого нагрева. После растворения колбу снимают с плитки, приливают 100 см^3 горячей воды, 0,5 см^3 раствора триэтаноламина (1:1), 2 см^3 раствора сахарозы, нейтрализуют раствором гидрата окиси калия по бумаге конго, приливают 15 см^3 в избытке для установления pH 12—13, добавляют 0,1—0,2 г индикаторной смеси эриохром сине-черного и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из малиновой в голубую. Допускается также использование аликвотной части раствора, полученного по ГОСТ 2642.3—86, разд. 4.

В качестве индикатора можно применять индикаторные смеси: кислотный хромтемносиний или флуорексон с тимолфталеином.

7.4. **Обработка результатов**

7.4.1. Массовую долю окиси кальция (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{V \cdot C}{m} \cdot 100,$$

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

C — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см^3 окиси кальция;

m — масса навески, г.

7.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Изменение № 1 ГОСТ 2642.7—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси кальция

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 25.10.89 № 3175
Дата введения 01.07.90

На обложке и первой странице под обозначением стандарта дополнить обозначением: **СТ СЭВ 976—88.**

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземо-известковые, известковые, магнезиальные, магнезиально-шпинельные, магнезиально-силикатные, магнезиально-известковые и карбидкремниевые и устанавливает методы определения окиси кальция: комплексонометрические — для всех типов огнеупорных материалов и изделий при массовой доле окиси кальция от 0,2 до 99 %, для материалов и изделий, содержащих хром и хромовые руды при массовой доле окиси кальция от 1 и более 45 %; для кремнеземистых с массовой долей двуокиси кремния 80 % и более и карбидкремниевых материалов и изделий при массовой доли окиси кальция до 6 %; для магнезиальных и магнезиально-известковых материалов и изделий при массовой доле окиси кальция свыше 0,3 % и ускоренный метод для магнезиальных материалов и изделий при массовой доле окиси кальция от 2 до 15 %;

атомно-абсорбционные методы — для кремнеземистых материалов и изделий с массовой долей двуокиси кремния 80 % и более при массовой доле окиси кальция до 5 %; для кремнеземистых, алюмосиликатных, глиноземистых и магнезиальных материалов при массовой доле окиси кальция от 0,075 до 15 %; для магнезиальных и магнезиально-известковых материалов и изделий при массовой доле окиси кальция от 0,02 до 20 %»

второй абзац дополнить обозначением: СТ СЭВ 976—88

Пункты 2.2, 3.2, 4 2. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 4.2. Заменить ссылку: ГОСТ 24360—80 на ГОСТ 24363—80

Пункт 5 2 Исключить ссылку: ГОСТ 5847—76.

Стандарт дополнить разделами — 8, 9

«8. Комплексонометрический метод определения окиси кальция в магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле окиси кальция свыше 0,3 %)

8.1. Сущность метода

В фильтрате после отделения гидроокисей гексаметилентетрамином определяют массовую долю окиси кальция обратным комплексонометрическим титрованием при pH 12—13 в присутствии индикатора флуорексона

8.2. Реактивы и растворы

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствора 1:1.

Кислота хлорная.

(Продолжение см. с. 240)

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор с массовой долей 40 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461–77.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор с массовой долей 20 %.

Гексаметилентетрамин, растворы с массовой долей 30 и 1 %.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор 1:1.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—87.

Индикатор малахитовый зеленый, спиртовой раствор с массовой долей 0,5 %.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Индикатор флуорексон, смесь с хлористым калием в соотношении 1:100.

Соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,05 моль/дм³: 18,613 г трилона Б растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Кальций хлористый, раствор 0,05 моль/дм³: 5,0045 г углекислого кальция предварительно высушенного при температуре 300 °С до постоянной массы, осторожно растворяют в стакане вместимостью 400 см³ в 30 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Углекислый газ удаляют кипячением Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

8.3. Подготовка к анализу

Массовую концентрацию (0,05 моль/дм³) раствора трилона Б по окиси кальция устанавливают следующим образом: в стакан вместимостью 400 см³ отбирают из бюретки 25 см³ 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, разбавляют водой до 100 см³, добавляют несколько капель раствора индикатора малахитового зеленого, затем приливают раствор гидроокиси калия до обесцвечивания раствора, а затем еще 15—20 см³ в избыток для установления pH раствора 12—13.

В раствор добавляют около 0,05 г смеси флуорексона с хлористым калием и титруют 0,05 моль/дм³ раствором хлористого кальция до появления желто-зеленой флуоресценции.

Массовую концентрацию 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б (С), выраженную в г/см³ окиси кальция, вычисляют по формуле

$$C = \frac{V \cdot 56{,}08 \cdot 0{,}05}{25 \cdot 1000},$$

где V — объем 0,05 моль/дм³ раствора хлористого кальция, израсходованный на титрование, см³;

56,08 — молекулярная масса окиси кальция, г;

0,05 — молярность раствора хлористого кальция;

25 — объем 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, см³.

(Продолжение см. с. 241)

Теоретический пересчет 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б выраженного г/см³ окиси кальция 0,002804.

8.4. Проведение анализа

8.4.1. Для определения окиси кальция при массовой доле его до 5,0 % навеску массой 0,5 г обожженных материалов или 1,0 г сырья растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1 в стакане вместимостью 150 см³ при нагревании. Горячий раствор фильтруют через фильтр средней плотности. Фильтрат собирают в стакан вместимостью 400 см³. Фильтр промывают 5 раз горячей водой, переносят в платиновый тигель, высушивают, озоляют и быстро сжигают над горелкой.

После охлаждения остаток в тигле смачивают двумя каплями воды, добавляют 5 см³ раствора фтористоводородной кислоты, 1 см³ хлорной кислоты и выпаривают на песчаной бане до выделения белых паров. Допускается применение азотной кислоты вместо хлорной кислоты; в этом случае выпаривание производят досуха.

Процесс выпаривания с фтористоводородной кислотой в случае необходимости повторяют. Затем приливают еще 1 см³ хлорной или азотной кислоты и повторяют выпаривание. Остаток после охлаждения обрабатывают от 5 до 10 см³ воды, нагревая закрытой крышкой тигель на водяной бане, добавляют 10 см³ соляной кислоты, перемешивают и нагревают до полного растворения. Раствор переносят в стакан с фильтратом, тигель с крышкой ополаскивают водой, приливают еще 10 см³ соляной кислоты, нагревая содержимое стакана до начала кипения.

Затем приливают по каплям раствор аммиака 1:1 до начала выпадения осадка. Образовавшийся осадок гидроокисей растворяют раствором соляной кислоты 1:1, добавляют по каплям, после чего приливают раствор гексаметилентетрамина с массовой долей 30 % до окончания выделения осадка гидроокисей и затем в избыток в количестве от 15 до 20 см³. Содержимое стакана нагревают до температуры не выше 70 °С в течение 5—10 мин. Осадок гидроокисей фильтруют через фильтр средней плотности и промывают несколько раз тепловым раствором гексаметилентетрамина с массовой долей 1 %. Фильтрат и промывные воды собирают в стакан вместимостью 600 см³, разбавляют водой до 200 см³, из бюретки отмеряют 25 см³ 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б. После этого прибавляют несколько капель раствора малахитового зеленого и затем приливают раствор гидроокиси калия до обесцвечивания раствора и еще 20 см³ в избыток для установления значения pH раствора около 12—13.

После добавления небольшого количества смеси флуорексона с хлористым калием раствор, окрашенный в розовый цвет, титруют 0,05 моль/дм³ раствором хлористого кальция до возникновения желто-зеленой флуоресценции.

8.4.2. Для определения окиси кальция при массовой доле его свыше 5,0 % в качестве исходного раствора используют аликвотную часть раствора (фильтрата) после выделения двуокиси кремния по ГОСТ 2642.3—86. В этом случае в стакан вместимостью 400 см³ отмеряют пипеткой аликвотную часть раствора равную 100 см³. Гидроокиси металлов отделяют осаждением гексаметилентетрамином согласно п. 8.4.1. Фильтрат собирают в стакан вместимостью 600 см³ и далее поступают, как указано в п. 8.4.1.

Объем 0,05 моль/дм³ раствора хлористого кальция, расходуемого на титрование 25 см³ 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, устанавливают при контрольном опыте в тех же условиях.

8.5. Обработка результатов

8.5.1. Массовую долю окиси кальция в процентах, определенную согласно п. 8.4.1 (X_6) и п. 8.4.2 (X_7), вычисляют по формулам:

$$X_6 = \frac{\Delta V \cdot C}{m_1} \cdot 100,$$

$$X_7 = \frac{\Delta V \cdot C \cdot V_3}{m_3 \cdot V} \cdot 100,$$

(Продолжение см. с. 242)

где $\Delta V = V_1 - V_2$;

V_1 — объем 0,05 моль/дм³ раствора хлористого кальция, израсходованного на титрование 25 см³ 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б в контрольном опыте, см³;

V_2 — объем 0,05 моль/дм³ раствора хлористого кальция, израсходованного на титрование, см³;

C — массовая концентрация раствора 0,05 моль/дм³ трилона Б, выраженная в г/см³ окиси кальция;

V_3 — объем исходного раствора, см³;

m_1, m_2 — массы навесок пробы, г;

V — объем аликвотной части исходного раствора, см³

8.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 7.

Таблица 7

Массовая доля окиси кальция, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,3 до 0,7 включ.	0,05
Св. 0,7 » 2,0 »	0,10
» 2,0 » 5,0 »	0,15
» 5,0 » 10,0 »	0,20
» 10,0 » 20,0 »	0,30
» 20,0	0,40

9. Атомно-абсорбционный метод определения окиси кальция в магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле окиси кальция от 0,02 до 20 %)

9.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции раствора пробы в пламени воздух-ацетилен или закись азота-ацетилен при резонансной длине волны 422,7 нм.

9.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для кальция

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1:1 и 1:4.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76 обезвоживают при температуре (400±20) °С

Смесь для сплавления: углекислый натрий и тетраборнокислый натрий смешивают в соотношении 2:1.

Натрия перекись.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 30 %.

Магния оксид по ГОСТ 4526—75

Раствор А: в стакан вместимостью 400 см³ взвешивают 5,0 г оксида магния и растворяют при нагревании в 100 см³ соляной кислоты 1:1. Затем в воде растворяют 5,0 г углекислого натрия и 9,5 г тетраборнокислого натрия. Раствор подкисляют 150 см³ соляной кислоты 1:1. Углекислый газ удаляют кипячением. Растворы охлаждают, соединяют и переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в пластмассовом сосуде

Раствор Б: в стакан вместимостью 400 см³ взвешивают 5,0 г оксида магния и осторожно растворяют при нагревании в 220 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Затем в 100 см³ воды растворяют 20 г перекиси натрия После этого растворы соединяют и нагревают 5—10 мин до кипения. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

(Продолжение см. с. 243)

Лантан хлористый особо чистый для ААС

Лантана окись особо чистая для ААС.

8-Оксихинолин (оксин)

Лантан-8-оксихинолиновый (лантан-оксиновый) буферный раствор: 58,7 г окиси лантана или 88,4 г хлористого лантана и 200 г 8-оксихинолина растворяют в стакане вместимостью 800 см³ в 500 см³ раствора соляной кислоты 1:1. После растворения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 2000 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты 1:1 и перемешивают. Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Ионизационный буферный раствор: 190,7 г хлористого калия растворяют в воде. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Стандартный раствор окиси кальция: 1,7848 г углекислого кальция, предварительно высушенного при температуре 305 °С, растворяют при нагревании в 25 см³ воды и 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Углекислый газ удаляют кипячением. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см³ стандартного раствора содержит 1,000 мг окиси кальция.

Разбавленный стандартный раствор окиси кальция (градуировочный): отбирают пипеткой 50 см³ стандартного раствор окиси кальция в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. 1 см³ разбавленного раствора содержит 0,100 мг окиси кальция.

9.3. Подготовка к анализу

9.3.1. Кислотное растворение пробы с последующим сплавлением нерастворившегося остатка со смесью для сплавления.

Навеску массой 1,0 г сырья или 0,5 г обожженного материала помещают в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Горячий раствор фильтруют через фильтр средней плотности. Стенки и фильтр обмывают горячей водой. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Фильтр с нерастворенным остатком помещают в платиновый тигель и осторожно озоляют. Остаток в тигле сплавляют с 1,0 г смеси для сплавления над горелкой. Сплав охлаждают и растворяют в 5 или максимально 10 см³ раствора соляной кислоты 1:1 без нагревания и переливают в мерную колбу. Содержимое колбы доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

9.3.2. *Разложение пробы спеканием с перекисью натрия*

Навеску массой 2,5 г сырья или 1,25 г обожженного материала тщательно смешивают в серебряном или платиновом тигле с 5 г перекиси натрия. Тигель накрывают крышкой, переносят в электрическую печь с автоматической регулировкой температуры и нагревают при температуре 495 °С в течение 5—7 мин.

После охлаждения содержимое тигля переносят в стакан вместимостью 600 см³ и приливают 100 см³ воды для выщелачивания спеченной пробы. Остаток пробы на стенках тигля растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты 1:4 и добавляют в стакан с пробой. Тигель с крышкой ополаскивают водой, стакан накрывают часовым стеклом и приливают 35 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Содержимое стакана немного нагревают до растворения и удаления углекислого газа. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

9.3.3. Приготовленные по п. 9.4.1 или 9.4.2 растворы должны быть прозрачными. Если раствор мутный, то аликвотную часть его фильтруют через сухой плотный фильтр в сухой стакан. Первые две части фильтрата отбрасывают. Следующую порцию после разбавления водой используют для определения.

Аналогичным образом выполняют подготовку контрольного опыта на применяемые реактивы.

9.4. Проведение анализа

(Продолжение см. с. 244)

9.4.1. Из раствора пробы, приготовленного по п. 9.4.1 или п. 9.4 2, отбирают пипеткой 1.0 см³ в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты 1:1, 4 см³ лантан-оксинового буферного раствора, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Раствор распыляют в воздушно-ацетиленовом пламени. Используют резонансную длину волны 422,7 нм.

Записывают значения сигнала из трех измерений Одновременно с анализом пробы градуируют прибор по стандартным растворам и растворам стандартных образцов, приготовленных по п. 9.4.1 или п. 9.4.2.

9.4.2. Если используют для определения содержания окиси кальция пламя закись азота—ацетилен, необходимо в раствор пробы добавить ионизованный буферный раствор вместо лантан-оксинового в количестве 5 см³ и далее поступают по п. 9.5.1.

Для градуировки прибора непосредственно в единицах концентрации или для построения градуировочного графика готовят стандартные растворы с диапазоном концентрации 1,0—25,0 мг/см³ окиси кальция.

Затем в шесть из семи мерных колб вместимостью по 250 см³ отмеряют из бюретки 2,5; 12,5; 25,0; 37,5; 50,0 и 62.5 см³ разбавленного стандартного раствора окиси кальция. Во все колбы добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты 1:1, 5 см³ раствора оксида магния А или Б в зависимости от способа разложения пробы и 4 см³ лантан-оксинового буферного раствора, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Если используют для определения содержания окиси кальция пламя закись азота-ацетилен, то нужно во все колбы добавлять ионизационный буферный раствор вместо ланта-оксинового в количестве 5 см³.

Измерения значений атомной абсорбции стандартных растворов проводят непосредственно перед измерением атомной абсорбции раствора пробы и повторяют после окончания измерений в тех же условиях На основе полученных средних результатов строят градуировочный график.

В процессе измерения атомной абсорбции неоднократно проверяют правильность результатов измерений по растворам стандартных образцов.

Параллельно с измерением атомной абсорбции растворов проб и стандартных растворов измеряют атомную абсорбцию растворов контрольного опыта.

Наибольшая концентрация стандартного раствора имеет только информационное значение, так как приборы, имеющие корректор кривизны, позволяют измерять более высокие концентрации.

9.5. Обработка результатов

9.5.1. Массовую долю окиси кальция (X_8) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{C \cdot Z \cdot V \cdot 10^{-4}}{m},$$

где C — массовая концентрация окиси кальция, найденная по градуировочному графику, или отсчитанная непосредственно с учетом контрольного опыта, мг/см³;

Z — фактор разбавления основного раствора пробы;

V — общий объем разбавленного раствора, см³;

m — масса навески пробы, г.

9.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 7 и 8.

Таблица 8

Массовая доля окиси кальция, %	Абсолютное допускаемое расхождение,%
От 0,02 до 0,05 включ.	0,005
Св. 0,05 » 0,10 »	0,01
» 0,10 » 0,30 »	0,03

(ИУС № 1 1990 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2642.7—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси кальция

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 07.02.92 № 118

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта изложить в новой редакции: **«Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения окиси кальция**

Refractories and refractory raw materials. Methods for the determination of calcium oxide».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначения: **(СТ СЭВ 2220—80, СТ СЭВ 4549—84, СТ СЭВ 4551—81, СТ СЭВ 976—88).**

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземоизвестковые, известковые, высокомагнезиальные, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные, магнезиально-известковые и карбидкремниевые и устанавливает методы определения окиси кальция:

комплексонометрические при массовых долях окиси кальция до 99 %, до 6% для кремнеземистых и карбидкремниевых свыше 0,3 % для высокомагнезиальных и магнезиально-известковых;

атомно-абсорбционные при массовых долях окиси кальция до 5 % для кремнеземистых, от 0,075 до 15 % для кремнеземистых, алюмосиликатных, глиноземистых, высокомагнезиальных и от 0,02 до 20 % для высокомагнезиальных и магнезиально-известковых»;

второй абзац исключить.

Пункт 2.2 дополнить абзацем (после восьмого): «Кислота серная по ГОСТ 4204—77»;

заменить слова: «раствор 300 г/дм³» на «раствор с массовой долей 30 %»; «раствор 2 г/дм³» на «раствор с массовой долей 0,2 %»; «раствор 250 г/дм³» на «раствор с массовой долей 25 %»;

дополнить абзацами: «Индикатор эриохром сине-черный Р.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора эриохром сине-черного Р растирают в фарфоровой ступке с 30 г хлористого натрия».

Пункт 2.3.1. Первый абзац. Исключить слова: «Для хромсодержащих огнеупорных материалов и изделий допускается сплавление навески с 4—5 г пиросерно-кислого калия»;

второй абзац после слов «сполоснув его водой» дополнить словами: «Для хромсодержащих огнеупорных материалов и изделий допускается сплавление навески с 4—5 г пиросерно-кислого калия и растворение сплава в воде с добавлением 7 см³ серной кислоты»;

заменить слова: «В полученный раствор» на «В полученные растворы»;

седьмой абзац дополнить словами: «а при использовании индикатора эриохром сине-черного Р — до перехода окраски из малиновой в голубую».

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси кальция приведены в таблице.

(Продолжение см. с. 130)

Массовая доля окиси кальция, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %			
	Δ	$d_к$	d_2	δ
От 0,02 до 0,05 включ.	0,02	0,03	0,02	0,01
Св. 0,05 » 0,1 »	0,03	0,04	0,03	0,02
» 0,1 » 0,2 »	0,04	0,05	0,04	0,03
» 0,2 » 0,5 »	0,07	0,08	0,07	0,04
» 0,5 » 1 »	0,09	0,12	0,10	0,06
» 1 » 2 »	0,13	0,16	0,13	0,08
» 2 » 5 »	0,20	0,25	0,20	0,15
» 5 » 10 »	0,3	0,4	0,3	0,2
» 10 » 20 »	0,4	0,5	0,4	0,3
» 20 » 50 »	0,6	0,7	0,6	0,4
» 50 » 99 »	0,7	0,8	0,7	0,5

Пункт 3.2. Заменить слова: «раствор 300 г/дм³» на «раствор с массовой долей 30 %»; «раствор 200 г/дм³» на «раствор с массовой долей 20 %»; «раствор 5 г/дм³» на «раствор с массовой долей 0,5 %».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси кальция приведены в таблице».

Пункт 4.2. Второй абзац. Заменить слова: «раствор 200 г/дм³» на «раствор с массовой долей 20 %»; «раствор 2 г/дм³» на «раствор с массовой долей 0,2 %».

Пункт 4.4.2 изложить в новой редакции: «4.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси кальция приведены в таблице».

Пункт 5.2. Заменить ссылку: ГОСТ 1084—78 на ГОСТ 10484—78.

Пункт 5.4.2 изложить в новой редакции: «5.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси кальция приведены в таблице».

Разделы 6, 7. Наименование. Заменить слово: **«магнезиальных»** на **«высокомагнезиальных»**.

Пункт 6.4.3 изложить в новой редакции: «6.4.3. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси кальция приведены в таблице».

Пункт 7.2. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор с массовой долей 20 %; хранят в полиэтиленовом сосуде»;

пятый абзац. Заменить слова: «раствор 20 г/дм³» на «раствор с массовой долей 2 %».

Пункт 7.3. Первый абзац после слова «холодильником» дополнить словами: «и крышкой»; заменить значение и слова: 0,5 на 1, «15 см³ в избытке» на «в избыток 15—20 см³»; после слов «аликвотной части раствора» дополнить словами: «в объеме 100 см³».

Пункты 7.4.2, 8.5.2, 9.5.2 изложить в новой редакции: «7.4.2 (8.5.2, 9.5.2). Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси кальция приведены в таблице».

(ИУС № 5 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru