УДК 622.367:546.41—31.06:006.354+622.367:546.46—31.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ НЕМЕТАЛЛОРУДНЫЕ

Методы определения массовых долей оксидов кальция и магния

Non-metallic ore materials. Methods for determination of calcium oxide and magnesium oxide mass fractions

ГОСТ 26318.6—84

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.86 до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на полевошпатовые и кварцполевошпатовые материалы, слюду, диопсид и устанавливает комплексонометрический метод определения массовых долей оксидов кальция и магния и фотометрический метод определения массовой доли оксида магния.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам определения массовых долей оксидов кальция и магния — по ГОСТ 26318.0—84.

2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДОВ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

Метод основан на взаимодействии кальция с трилоном Б в присутствии индикаторов кислотного хром темносинего или флуорексона при pH 13 и суммы кальция с магнием при pH 10 в присутствии эриохром черного Т или кислотного хром темносинего.

2.1. Аппаратура, реактивы, растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

титратор фотоэлектрический;

мешалку магнитную;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, водный раствор концентрации 1 г в 100 см³;

калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор концентрации 200 г/дм³, хранят в полиэтиленовой посуде;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:3;

спирт этиловый по ГОСТ 5962—67;

сахарозу по ГОСТ 5833—75;

уротропин, раствор концентрации 100 г/дм³;

трилон Б по ГОСТ 10652—73, 0,01 М раствор, приготовленный разбавлением стандарт-титра;

хлоридно-аммиачный буферный раствор (pH 10), приготовленный растворением 20 г хлористого аммония в 100 см³ аммиака и доведением водой до 1 дм³;

кислотный хром темносиний, приготовленный растворением 0,5 г индикатора в 20 см³ хлоридно-аммиачного буферного раствора и разбавлением до 100 см³ этиловым спиртом или растиранием 0,1 г индикатора с 10 г хлористого натрия;

флуорексон, приготовленный растиранием 0,1 г индикатора с 10 г хлористого натрия;

эриохром черный Т, приготовленный растиранием 0,1 г индикатора с 10 г хлористого натрия.

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. *Подготовка анализируемого раствора для титрования кальция и магния*

От анализируемых растворов 2 или 3 и растворов холостого опыта 2 или 3 по ГОСТ 26318.1—84 отбирают по 100 см³ в стаканы вместимостью 250—300 см³. Растворы нагревают до кипения, приливают по каплям аммиак до pH 2—3 по универсальной индикаторной бумаге, затем добавляют при перемешивании 20 см³ раствора уротропина и выдерживают 10—15 мин при 70—80 °С для отделения гидрооксидов полуторных оксидов и диоксида кремния. Растворы фильтруют в мерные колбы вместимостью 250 см³, фильтры с осадками промывают горячей водой, растворы охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

2.1.1, 2.2.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Титрование кальция*

В два стакана вместимостью 150 см³ при титровании на титраторе или в две конические колбы вместимостью 250 см³ при визуальном титровании отбирают по 50 см³ растворов, полученных по п. 2.2.1. К растворам прибавляют по 0,1—0,2 г сахарозы для предотвращения соосаждения кальция с магнием, 5—6 капель раствора солянокислого гидроксиламина, по 15 см³ гидроокиси калия и по 10—15 капель индикатора кислотного хром

темносинего при титровании на титраторе или по 0,01—0,02 г флуорексона при визуальном титровании. Растворы титруют 0,01 М раствором трилона Б до остановки стрелки при титровании на титраторе или до перехода окраски раствора из флуоресцирующей зеленой в розовую окраску при визуальном титровании с флуорексоном. Титрование с флуорексоном лучше проводить на темном фоне.

2.3.2. *Титрование суммы кальция и магния*

Аликвотные части 50 см³ растворов, полученных по п. 2.2.1, помещают также в стаканы или колбы, прибавляют по 0,1—0,2 г сахарозы и 5—6 капель раствора солянокислого гидроксиламина, прибавляют по 15 см³ буферного раствора (pH 10), 0,1—0,2 г эриохром черного Т или 10—15 капель кислотного хром темносинего и титруют 0,01 М раствором трилона Б на титраторе до остановки стрелки или визуально до перехода окраски раствора в голубую.

При больших содержаниях оксидов кальция и магния (в диоксиде) допускается титрование 0,05 м раствором трилона Б.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю оксида кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T(V - V_1) \cdot 100}{m},$$

где T — титр раствора трилона Б (0,01 м), выраженный в граммах оксида кальция, равный 0,0005608 г/см³;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальция в анализируемом растворе, см³;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальция в растворе холостого опыта, см³;

m — масса навески материала, соответствующая аликвотной части раствора, взятой для титрования кальция, г.

2.4.2. Массовую долю оксида магния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T(V - V_1) \cdot 100}{m},$$

где T — титр раствора трилона Б (0,01 м), выраженный в граммах оксида магния, равный 0,0004032 г/см³;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы оксида кальция и магния в анализируемом растворе, см³;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальция в анализируемом растворе, см³;

m — масса навески материала, соответствующая аликвотной части раствора, взятой для титрования суммы кальция и магния, г.

2.4.3. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля оксида кальция или магния, %	Допускаемое расхождение, %	
	Оксид кальция	Оксид магния
0,2	0,11	0,06
0,5	0.15	0,09
1,0	0,19	0,13
2,0	0,23	0.18
5,0	0,33	0,27
10	—	0,39
20	—	0,56
30	—	0,67

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ С ФЕНАЗО

Метод основан на образовании адсорбционного соединения магния с феназо. Определение проводят из анализируемого раствора 3 по ГОСТ 26318.1—84 при массовой доле оксида магния не более 2 %.

3.1. Аппаратура, реактивы, растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:3;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 0,1 м раствор (концентрации 4 г/дм^3) и раствор концентрации 200 г/дм^3. Растворы хранят в полиэтиленовой посуде;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76;

магний сернокислый, стандарт-титр;

спирт поливиниловый по ГОСТ 10779—78, раствор концентрации 5 г/дм^3, приготовленный растворением навески в воде при нагревании до кипения; раствор фильтруют каждый раз перед употреблением;

триэтаноламин;

маскирующий реагент (МР), приготовленный растворением в 300—400 см^3 воды 2,5 г фтористого натрия и 25 см^3 триэтаноламина и доведением раствора до 500 см^3;

феназо, раствор концентрации 0,005 г/дм³, приготовленный следующим образом: сначала 0,05 г феназо растворяют в 100 см³ 0,1 м раствора гидроокиси натрия, перемешивают и разбавляют в 10 раз 0,1 м раствором гидроокиси натрия. Раствор устойчив один год при условии хранения его в полиэтиленовой посуде;

составной реагент, приготовленный смешиванием равных объемов соляной кислоты 1:3, МР и поливинилового спирта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Подготовка к анализу

3.2.1. *Приготовление раствора оксида магния*

Основной раствор оксида магния готовят из стандарт-титра сернокислого магния. В 1 см³ этого раствора содержится 2,015 мг оксида магния. Из этого раствора разбавлением в 100 раз водой готовят раствор с содержанием оксида магния 0,02 мг/см³.

3.2.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см³ отбирают аликвотные части раствора оксида магния с содержанием 0,02 мг/см³: 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³, что соответствует: 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10 и 0,12 мг оксида магния

К растворам приливают по 5 см³ раствора холостого опыта 3 по ГОСТ 26318.1—84, по 15 см³ составного реагента, по 5 см³ феназо и по 10 см³ раствора едкого натра концентрации 200 г/дм³, доводят до метки водой и перемешивают. Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность растворов, применяя оранжевый светофильтр (595 нм) и кюветы толщиной слоя 20 мм.

По данным оптических плотностей растворов и соответствующим им концентрациям оксида магния строят градуировочный график.

Каждый раз при определении содержания оксида магния следует строить новый график.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Проведение анализа

В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 5 см³ анализируемого раствора 3, в другую такую же колбу помещают 5 см³ раствора холостого опыта 3. Затем в колбы вводят все реактивы как при построении градуировочного графика, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Оптическую плотность полученного анализируемого раствора измеряют относительно раствора холостого опыта.

По измеренной оптической плотности по градуировочному графику находят содержание оксида магния, мг.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю оксида магния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса оксида магния, найденная по градуировочному графику, мг;

V — общий объем раствора пробы анализируемого материала, см^3;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для проведения анализа, см^3.

3.4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать величины, приведенной в таблице.

При возникновении разногласий в оценке качества по величине массовой доли оксида магния определение проводят комплексонометрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством промышленности строительных материалов СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Н. М. Золотухина, В. М. Горохова, Е. А. Пыркин, О. Н. Феодосьева, Э. И. Лопатина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 31.10.84 № 3810

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 20543.5—75 и ГОСТ 14328.4—77

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.1.1; 3.1.1
ГОСТ 3760—79	2.1.1
ГОСТ 3773—72	2.1.1
ГОСТ 4233—77	2.1.1
ГОСТ 4234—77	2.1.1
ГОСТ 4328—77	3.1.1
ГОСТ 4463—76	3.1.1
ГОСТ 5833—75	2.1.1
ГОСТ 5962—67	2.1.1
ГОСТ 10652—73	2.1.1
ГОСТ 10779—78	3.1.1
ГОСТ 24363—80	2.1.1
ГОСТ 26318.0—84	1.1
ГОСТ 26318.1—84	2.2.1; 3; 3.2.2; 3.3

5. **Срок действия продлен до 01.01.96 г. Постановлением Госстандарта СССР от 24.12.90 № 3242**

6. **Переиздание (май 1991 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1988 г., октябре 1990 г. (ИУС 1—87, 4—91)**

gost.e-ecolog.ru