Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения окиси магния

ГОСТ 24523.5—80

Electrotechnical periclase. Method for the determination of magnesium oxide

МКС 81.080
ОКСТУ 1509

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт распространяется на электротехнический периклаз и устанавливает объемный комплексонометрический метод определения массовых долей окиси магния в диапазоне от 93 до 100 %.

Сущность метода заключается в титровании суммы магния и кальция трилоном Б при pH 10 в присутствии индикаторов кислотного хрома темно-синего, тимолфталексона или метилтимолового синего. Алюминий и железо предварительно маскируют триэтаноламином.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 24523.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа используют:

ступки и пестики фарфоровые № 5 или 7 по ГОСТ 9147;

плитку электрическую с закрытой спиралью;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:3;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;

триэтаноламин (2, 2′, 2″-нитрилотриэтанол) по нормативно-технической документации, разбавленный 1:3. Неочищенный триэтаноламин, имеющий бурую окраску, очищают следующим образом:

100 см^3 триэтаноламина помещают в стакан вместимостью 500 см^3, охлаждают стакан в холодной воде и добавляют при помешивании 150 см^3 смеси концентрированной соляной кислоты с этиловым спиртом в соотношении 1:1. Выделившиеся кристаллы солянокислого триэтаноламина отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 2—3 раза спиртом и высушивают на воздухе. Применяют 25%-ный раствор (по массе) солянокислого триэтаноламина;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773 и 20%-ный раствор (по массе);

аммиак водный по ГОСТ 3760;

аммиачный буферный раствор с pH 10; готовят следующим образом: 67,5 г хлористого аммония растворяют в 300—400 см^3 воды, приливают 570 см^3 аммиака, разбавляют водой до объема 1000 см^3 и перемешивают;

кислотный хром темно-синий по нормативно-технической документации, 0,5%-ный раствор (по массе); готовят следующим образом: к 1 см^3 20%-ного раствора (по массе) хлористого аммония прибавляют 1 см^3 водного аммиака и 8 см^3 воды. В полученной смеси растворяют 0,5 г кислотного хрома темно-синего, доводят этиловым спиртом до 100 см^3 и перемешивают;

gost.e-ecolog.ru

калий хлористый по ГОСТ 4234;

тимолфталексон или метилтимоловый синий по нормативно-технической документации;

смесь индикаторную; готовят следующим образом: 0,05 г тимолфталексона или метилтимолового синего и 50 г хлористого калия тщательно растирают в фарфоровой ступке;

раствор сернокислого магния стандартный концентрации эквивалента сернокислого магния 0,1 моль/дм^3, приготовленный из фиксанала сернокислого магния, по нормативно-технической документации. 1 см^3 раствора содержит 0,002016 г окиси магния;

соль динатриевую этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,075 моль/дм^3; готовят следующим образом: 14 г трилона Б растворяют в 200 см^3 воды, разбавляют водой до объема 1000 см^3 и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250—300 см^3 переносят 25 см^3 стандартного раствора сернокислого магния, прибавляют 70—80 см^3 воды, 2 см^3 триэтаноламина и перемешивают. Вводят 15 см^3 буферного раствора, 5—7 капель раствора индикатора кислотного хрома темно-синего и титруют трилоном Б до изменения окраски из розовой в синюю или прибавляют 0,3—0,4 г индикаторной смеси тимолфталексона или метилтимолового синего с хлористым калием и титруют трилоном Б до изменения окраски из ярко-голубой в бесцветную. В конечной точке титрования раствор может иметь неизменяющийся слабо-голубоватый цвет.

Массовую концентрацию раствора трилона Б по окиси магния (T) рассчитывают по формуле

$$T = \frac{0{,}002016 \cdot V}{V_1},$$

где 0,002016 — массовая концентрация стандартного раствора сернокислого магния, вычисленная по окиси магния, г/см^3;

V — объем стандартного раствора сернокислого магния, взятый для установки массовой концентрации, см^3;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. От анализируемого раствора, полученного по разд. 3 ГОСТ 24523.1, отбирают аликвотную часть объемом 25 см^3.

3.2. Допускается готовить анализируемый раствор без сплавления навески. Для этого навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 30 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:3, и нагревают в течение 6—15 мин при периодическом перемешивании до растворения навески. Допускается присутствие нерастворимого остатка. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки, перемешивают и фильтруют в сухую колбу через сухой фильтр средней плотности, отбрасывая первую порцию фильтрата.

3.3. От анализируемого раствора, полученного по п. 3.2, отбирают аликвотную часть объемом 25 см^3.

3.4. Аликвотную часть анализируемого раствора переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 70—80 см^3 воды, 2 см^3 триэтаноламина, тщательно перемешивают и добавляют 15 см^3 аммиачного буферного раствора. Вводят 5—7 капель раствора индикатора кислотного хрома темно-синего и титруют трилоном Б до изменения окраски из розовой в синюю или прибавляют 0,3—0,4 г индикаторной смеси тимолфталексона или метилтимолового синего с хлористым калием и титруют трилоном Б до изменения окраски из ярко-голубой в бесцветную. В конечной точке титрования раствор может иметь неизменяющийся слабо-голубоватый цвет.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси магния (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{V_1 \cdot T \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_2} - 0{,}719 \cdot X_4(X_5),$$

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

T — массовая концентрация раствора трилона Б, вычисленная по окиси магния, г/см^3;

V — общий объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески, г;

V_2 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3;

0,719 — коэффициент пересчета окиси кальция на окись магния;

$X_4(X_5)$ — массовая доля окиси кальция, найденная по ГОСТ 24523.4, %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. Нормы контроля точности определения массовой доли окиси магния приведены в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси магния, %	Δ, %	Допускаемое расхождение, %		
		d_2	d_k	δ
От 93 до 100	0,5	0,5	0,6	0,3

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.С. Турчанинов, канд. техн. наук **А.И. Узберг, Г.Г. Лопачак, А.С. Бородачев, Н.А. Бобылева,** канд. техн. наук **И.М. Лоскутова**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.12.80 № 6285

Изменение № 3 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 11 от 25.04.97)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2508

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 3760—79	2.1
ГОСТ 3773—72	2.1
ГОСТ 4234—77	2.1
ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 10652—73	2.1
ГОСТ 18300—87	2.1
ГОСТ 24523.0—80	1.1
ГОСТ 24523.1—80	3.1
ГОСТ 24523.4—80	4.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в сентябре 1984 г., октябре 1987 г., сентябре 1997 г. (ИУС 12—84, 1—88, 12—97)

gost.e-ecolog.ru