Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы определения окиси кальция

ГОСТ
24523.4—80

Electrotechnical periclase. Methods for the determination of calcium oxide

МКС 81.080

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт распространяется на электротехнический периклаз и устанавливает комплексонометрический и атомно-абсорбционный методы определения массовых долей окиси кальция в диапазоне от 0,2 до 3,0 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1а. Сущность метода заключается в образовании комплекса кальция с трилоном Б и титровании избытка трилона Б раствором хлористого кальция при pH 12,5—12,8 в присутствии смеси индикаторов — флуорексона и тимолфталексона или кислотного хрома сине-черного. Алюминий и железо предварительно маскируют триэтаноламином.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.1. Для проведения анализа используют:

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

шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева 105—110 °С;

плитку электрическую с закрытой спиралью;

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева 1000 °С;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:3 и 1:20;

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 солянокислого триэтаноламина;

соль динатриевую этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации эквивалента 0,05 моль/дм^3; готовят следующим образом: 9,31 г трилона Б растворяют в 200 см^3 воды, разбавляют водой до объема 1000 см^3 и перемешивают;

гидроокись натрия по ГОСТ 4328, 20%-ный раствор;

калий хлористый по ГОСТ 4234;

флуорексон по нормативно-технической документации;

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

тимолфталексон по нормативно-технической документации;

смесь индикаторную; готовят следующим образом: 0,1 г флуорексона, 0,1 г тимолфталексона и 10 г хлористого калия перемешивают в фарфоровой ступке;

хром сине-черный кислотный по нормативно-технической документации;

смесь индикаторную; готовят следующим образом: 0,1 г кислотного хрома сине-черного и 30 г хлористого калия перемешивают в фарфоровой ступке;

кальций углекислый по ГОСТ 4530;

раствор хлористого кальция стандартный, молярной концентрации эквивалента 0,05 моль/дм^3; готовят следующим образом: 2,502 г углекислого кальция, предварительно высушенного при 105—110 °С до постоянной массы, растворяют при нагревании в 150 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:20, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Концентрация раствора, вычисленного по окиси кальция, 0,001402 г/см^3;

магния окись по ГОСТ 4526, 2%-ный раствор; готовят следующим образом: 2 г окиси магния, предварительно прокаленной при 800—1000 °С в течение часа, растворяют при нагревании в 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:3, охлаждают, доливают водой до 100 см^3 и перемешивают.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. От анализируемого раствора, полученного по разд. 3 ГОСТ 24523.1, отбирают аликвотную часть объемом 100 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 и перемешивают.

3.3. От анализируемого раствора, полученного по п. 3.2, отбирают аликвотную часть объемом 100 см^3.

3.4. Аликвотную часть анализируемого раствора переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 5 см^3 триэтаноламина, перемешивают, добавляют 10 см^3 раствора трилона Б и при постоянном перемешивании по каплям вводят раствор гидроокиси натрия до появления не растворяющегося при взбалтывании белого аморфного осадка. Прибавляют еще 10 см^3 раствора гидроокиси натрия, вводят 0,020—0,025 г индикаторной смеси флуорексона и тимолфталексона и титруют стандартным раствором хлористого кальция до изменения окраски из розовой в зеленовато-серую.

3.5. Допускается в качестве индикатора применять также кислотный хром сине-черный. Для этого в раствор, подготовленный по п. 3.4, вводят 0,05—0,10 г индикаторной смеси кислотного хрома сине-черного и титруют стандартным раствором хлористого кальция до перехода синей окраски в розовую. По истечении 2—3 мин может наблюдаться возвращение синей окраски.

3.6. В аликвотную часть раствора контрольного опыта вводят 10 см^3 раствора окиси магния. Далее контрольный опыт проводят по пп. 3.4 или 3.5.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X_4 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}001402 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_3},$$

где V_1 — объем раствора хлористого кальция, израсходованный на титрование трилона Б в растворе контрольного опыта, см^3;

V_2 — объем раствора хлористого кальция, израсходованный на титрование избытка трилона Б в анализируемом растворе, см^3;

0,001402 — концентрация раствора хлористого кальция, вычисленная по окиси кальция, г/см^3;

V — общий объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески, г;

V_3 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

Таблица 1

Массовая доля окиси кальция, %	Δ, %	Допускаемое расхождение, %		
		d_2	d_k	δ
От 0,2 до 0,5 включ.	0,07	0,07	0,08	0,04
Св. 0,5 » 1,0 »	0,09	0,10	0,12	0,06
» 1,0 » 2,0 »	0,13	0,14	0,17	0,09
» 2,0 » 3,0 »	0,16	0,17	0,20	0,11

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

5.1. Сущность метода заключается в измерении поглощения излучения с длиной волны 422,7 нм атомами кальция в пламени ацетилен-закись азота. В качестве спектрохимического буфера используют растворы хлористых солей стронция или лантана.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа используют:

атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для кальция;

баллон с ацетиленом;

баллон с закисью азота;

кальций углекислый по ГОСТ 4530;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:3;

стронций хлористый, 6-водный по ГОСТ 4140, раствор 86 г/дм^3;

лантана окись по нормативно-технической документации;

раствор хлористого лантана; готовят следующим образом: 29,3 г окиси лантана помещают в стакан из термостойкого стекла, смачивают небольшим количеством воды, растворяют в 50 см^3 концентрированной соляной кислоты и доводят водой до объема 250 см^3;

растворы окиси кальция стандартные;

раствор А: 0,8925 г углекислого кальция, высушенного при температуре 105—110 °С до постоянной массы, растворяют в 40 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:3, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,001 г окиси кальция;

раствор Б: 10 см^3 стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,00005 г окиси кальция.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Для определения окиси кальция используют раствор, полученный по п. 3.1 ГОСТ 24523.1 или по п. 3.2 ГОСТ 24523.5.

Таблица 2

Предполагаемая массовая доля окиси кальция, %	Объем аликвотной части раствора, см^3
От 0,2 до 1,0	20
Св. 0,8 до 3,0	5

5.3.2. Аликвотную часть анализируемого раствора, в зависимости от массовой доли окиси кальция (табл. 2), переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 2 см^3 раствора хлористого стронция или 2,5 см^3 раствора хлористого лантана, доводят водой до метки и перемешивают.

5.3.3. Атомное поглощение анализируемого раствора измеряют в верхней части пламени закись азота—ацетилен при длине волны 422,7 нм.

По величине атомного поглощения анализируемого раствора устанавливают массу окиси кальция по градуировочному графику.

5.4. Построение градуировочного графика

5.4.1. Приготовление стандартных градуировочных растворов

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 отбирают микробюреткой 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 см^3 раствора Б, что соответствует: 0; 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030; 0,00035; 0,00040; 0,00045 г окиси кальция.

В каждую колбу приливают 2 см^3 раствора хлористого стронция или 2,5 см^3 раствора хлористого лантана, доливают водой до метки и перемешивают.

5.4.2. Атомное поглощение стандартных градуировочных растворов дважды измеряют в верхней части пламени закись азота—ацетилен при длине волны 422,7 нм.

По полученным средним значениям атомного поглощения растворов с учетом атомного поглощения контрольного опыта и известным массам окиси кальция строят градуировочный график.

5.5. Обработка результатов

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

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1},$$

где m_1 — масса окиси кальция, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3.

5.1—5.5.1. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

5.5.2. Нормы контроля точности определения массовой доли окиси кальция приведены в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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 № 6284

Изменение № 2 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 11 от 25.04.97)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2507

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, подпункта
ГОСТ 3118—77	2.1, 5.2
ГОСТ 4140—74	5.2
ГОСТ 4234—77	2.1
ГОСТ 4328—77	2.1
ГОСТ 4526—75	2.1
ГОСТ 4530—76	2.1, 5.2
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, 5.3.1
ГОСТ 24523.5—80	5.3.1

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, утвержденными в октябре 1988 г., сентябре 1997 г. (ИУС 1—88, 12—97)

gost.e-ecolog.ru