УДК 621.742.4 : 543.06 : 006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПЕСКИ ФОРМОВОЧНЫЕ, СМЕСИ ФОРМОВОЧНЫЕ И СТЕРЖНЕВЫЕ

Метод определения окисей кальция и магния

ГОСТ 23409.1—78*

Moulding sands, moulding and core sand mixtures. Method for determination of calcium and magnesium oxides content

ОКСТУ 4191

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 декабря 1978 г. № 3489 срок введения установлен

с 01.01.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 22.11.84 № 3953 срок действия продлен

до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на формовочные пески, формовочные и стержневые смеси и устанавливает объемный трилонометрический метод определения содержания окисей кальция и магния.

Метод основан на титровании кальция и магния раствором трилона Б с индикатором флуорексоном после отделения уротропином полуторных окислов в виде гидроокисей.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу испытания — по ГОСТ 23409.0—78.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения испытания применяют:
кислоту плавиковую по ГОСТ 10484—78, 40%-ный раствор;
кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1 : 1;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1 : 5;
кислоту азотную по ГОСТ 4461—77, разбавленную 1 : 1;
аммиак водный по ГОСТ 3760—79, рабавленный 1 : 1;
индикаторную бумагу конго;
калия гидрат окиси (едкое кали), 20%-ный раствор;
калий хлористый по ГОСТ 4234—77;
пиросульфат калия по ГОСТ 7172—76;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (декабрь 1985 г.) с Изменением № 1, утвержденным в ноябре 1984 г. (НУС 2—85).*

gost.e-ecolog.ru

флуорексон, индикатор, приготовленный следующим образом: 0,1 г флуорексона растирают с 10 г хлористого калия;

хромоген черный индикатор; приготовленный следующим образом: 0,1 г хромоген черного смешивают с 10 г хлористого калия;

малахитовый зеленый, 0,2%-ный раствор;

уротропин по ГОСТ 1381—73, 20 и 1%-ный растворы;

хлористый аммоний по ГОСТ 3773—72;

трилон Б (соль динатриевую этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водную) по ГОСТ 10652—73 раствор 0,02 моль/дм³. Титр раствора трилона Б по окиси кальция устанавливают по раствору хлористого кальция, приготовленному из точной навески углекислого кальция, титр раствора трилона Б по окиси магния устанавливают по фиксаналу сернокислого магния;

аммиачный буферный раствор с pH 10, приготовленный следующим образом: 67,5 г хлористого аммония растворяют в воде, приливают 570 см³ 25%-ного водного раствора аммиака и доливают водой до объема 1000 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Навеску материала массой 0,5 г в платиновой чашке помещают в муфельную печь, выдерживают 10—15 мин при температуре 1000°С и охлаждают. Затем смачивают водой, приливают 10—15 см³ плавиковой кислоты и 5 см³ серной кислоты, выпаривают до выделения паров серной кислоты и охлаждают.

Если материал полностью не разложился, еще приливают 10—15 см³ плавиковой кислоты и повторно выпаривают до выделения паров серной кислоты, охлаждают. Стенки чашки обмывают водой и выпаривают кислоту. Сухой остаток в чашке сплавляют с 2—3 г пиросульфата калия. Плав растворяют в разбавленной 1 : 5 соляной кислоте при нагревании, переносят в стакан вместимостью 250 см³ и упаривают до объема 100 см³. Приливают 2—3 см³ азотной кислоты, кипятят 3 мин. Затем добавляют 1,0 г хлористого аммония, нейтрализуют аммиаком до перехода окраски бумаги конго в сиреневый цвет (pH 1—2), приливают 15—20 см³ 20%-ного раствора уротропина.

Раствор с осадком нагревают до 80°С, дают отстояться и фильтруют горячим через фильтр «красная лента» в мерную колбу вместимостью 250 см³, промывают 5—7 раз горячим 1%-ным раствором уротропина и доливают водой до метки.

3.2. Для определения содержания окиси кальция от раствора отбирают в коническую колбу вместимостью 250 см³ аликвотную часть объемом 100 см³, доливают водой до объема 150 см³, приливают 1—2 капли раствора малахитового зеленого, приливают раствор едкого кали до обесцвечивания и еще в избыток 5—6 см³

(pH раствора 12,0—13,0), 0,10—0,15 г индикатора флуорексона и титруют раствором трилона Б до появления оранжево-розовой окраски с резким уменьшением зеленой флуоресценции.

3.3. Для определения содержания окиси магния титруют сумму кальция и магния. Для титрования суммы кальция и магния в коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают аликвотную часть раствора объемом 100 см^3, доливают водой до объема 150 см^3, приливают 2 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина, 10—15 см^3 аммиачного буферного раствора, 0,10—0,15 г хромогена черного и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из вишнево-красного цвета в голубой.

3.4. Испытание проводят параллельно на двух навесках.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{VT \cdot 100}{m},$$

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

T — титр раствора трилона Б, выраженный в граммах окиси кальция на миллилитр раствора;

m — масса навески материала, г.

4.2. Массовую долю окраски магния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 - V) \cdot T_1 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы кальция и магния, см^3;

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

T_1 — титр раствора трилона Б, выраженный в граммах окиси магния на миллилитр раствора.

4.3. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,10%.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает приведенную величину, определение повторяют.

gost.e-ecolog.ru

ный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух последних параллельных определений.