УДК 622.361.2.001.4:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАОЛИН ОБОГАЩЕННЫЙ

Метод определения оксида кальция

Concentrated kaolin.
Method for determination of calcium oxide

ГОСТ 19609.4—89

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на обогащенный каолин и устанавливает комплексонометрический метод определения оксида кальция.

Метод основан на образовании комплекса трилона Б с ионами кальция в щелочном растворе.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 19609.0.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Основной раствор, приготовленный по п. 2.4 ГОСТ 19609.1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Калия гидрооксид по ГОСТ 24363, раствор концентрации 250 г/дм^3, хранят в полиэтиленовой посуде.

Уротропин фармакопейный, раствор концентрации 300 г/дм^3.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:3 и 1:1.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Флуорексон, приготовленный следующим образом: 0,1 г флуорексона тщательно растирают с 10 г хлористого натрия.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Стандартный раствор кальция, приготовленный следующим образом: 2,5023 г углекислого кальция, высушенного при 100—105 °С до постоянной массы, растворяют в 20 см^3 разбавленной 1:1 соляной кислоты. Раствор количественно переносят в мерную колбу

gost.e-ecolog.ru

вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ стандартного раствора соответствует 1,402 мг оксида кальция.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,025 моль/дм³, приготовленный по п. 4.2 ГОСТ 19609.1.

Для установления массовой концентрации раствора трилона Б отмеряют 10, 15 и 20 см³ стандартного раствора кальция в конические колбы вместимостью 250 см³, приливают по 100 см³ воды, по 5 см³ сахарозы и 30 см³ гидрооксида кальция. Добавляют 0,01—0,02 г индикатора флуорексона и титруют 0,025 моль/дм³ раствором трилона Б до изменения флюоресцирующей зеленой окраски в розовую.

Массовую концентрацию 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б (C) по оксиду кальция в граммах на сантиметр кубический вычисляют по формуле

$$C = \frac{V \cdot 0{,}001402}{V_1},$$

где V — объем стандартного раствора кальция, взятый на титрование, см³;

0,001402 — масса оксида кальция, соответствующая 1 см³ стандартного раствора, г;

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

От основного раствора отбирают аликвотную часть 50 см³ в стакан вместимостью 300 см³, нагревают до 70—80 °С и нейтрализуют горячий раствор разбавленным 1:1 раствором аммиака до начала выпадения осадка, восстанавливают его прозрачность, прибавляя по каплям разбавленную 1:3 соляную кислоту, приливают 15 см³ уротропина. Раствор с осадком выдерживают при 70—80 °С 10—15 мин и фильтруют через фильтр «красная лента» в коническую колбу вместимостью 250 см³, осадок промывают 6—7 раз горячей водой и отбрасывают.

Допускается проводить осаждение полуторных окислов раствором аммиака: отбирают от основного раствора аликвотную часть 50 см³ в стакан вместимостью 300 см³, нагревают до 70—80 °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 и фильтруют через фильтр «красная лента» в коническую колбу вместимостью 250 см³, осадок промывают 6—7 раз горячей водой

и отбрасывают. Далее анализ полученных растворов ведут одинаково.

Раствор охлаждают, приливая 5 см³ раствора сахарозы, 30 см³ гидрооксида калия, прибавляют 0,01—0,02 г индикатора флуорексона и титруют 0,025 моль/дм³ раствором трилона Б до изменения флюоресцирующей зеленой окраски в розовую.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю оксида кальция (X_{CaO}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{CaO}=\frac{V\cdot C\cdot V_1\cdot 100}{V_2\cdot m},$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование с учетом контрольного опыта, см³;

C — массовая концентрация раствора трилона Б по оксиду кальция, г/см³;

V_1 — объем основного раствора, см³;

V_2 — объем аликвотной части основного раствора, см³;

m — масса навески каолина, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,15 % при массовой доле оксида кальция до 1,0 % и 0,20 % — при массовой доле более 1,0 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы)

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.03.89 № 485

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 19609.4—79**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4530—76	2
ГОСТ 5833—75	2
ГОСТ 10652—73	2
ГОСТ 19609.0—89	1
ГОСТ 19609.1—89	2
ГОСТ 24363—80	2

gost.e-ecolog.ru