МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ ЦИРКОНИЙСОДЕРЖАЩИЕ

Методы определения окиси кальция

ГОСТ 13997.8—84

Zirconium containing refractory materials and products.
Methods for determination of calcium oxide

МКС 81.080
ОКСТУ 1509

Дата введения 01.07.85

Настоящий стандарт устанавливает методы определения окиси кальция в материалах и изделиях огнеупорных цирконийсодержащих: комплексонометрический метод с использованием смеси индикаторов флуорексона и тимолфталеина (при массовой доле окиси кальция от 0,2 до 10 %); атомно-абсорбционный метод определения окиси кальция (при массовой доле окиси кальция от 0,1 до 10 %); комплексонометрический метод определения окиси кальция со смесью индикаторов флуорексона и тимолфталеина или с индикатором флуорексоном в огнеупорных материалах и изделиях с массовой долей двуокиси циркония до 65 %, кроме бадделеитовых (при массовой доле окиси кальция до 1 % и свыше 2 %); комплексонометрический метод с использованием индикатора кислотного хромтемно-синего (при массовой доле окиси кальция от 3 до 35 %).

Стандарт соответствует СТ СЭВ 4431—83 в части определения окиси кальция комплексонометрическим методом при анализе огнеупорных материалов и изделий с массовой долей двуокиси циркония до 65 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13997.0.

2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на прямом комплексонометрическом титровании кальция со смесью индикаторов флуорексона и тимолфталеина при pH 12—13 в растворе после отделения циркония (гафния), титана, алюминия и железа уротропином.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 25 %; хранить в полиэтиленовом сосуде.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Смесь индикаторная: 0,5 г флуорексона и 0,5 г тимолфталеина растирают со 100 г хлористого калия в фарфоровой ступке.

Индикатор малахитовый зеленый, спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Бумага индикаторная конго.

Триэтаноламин (2,2, 2″-нитрилотриэтанол) по действующей нормативно-технической документации, разбавленный 1:3, или натрия сульфид по ГОСТ 2053, раствор с массовой долей 10 %.

Неочищенный триэтаноламин, имеющий бурую окраску, очищают следующим образом: 100 см^3 триэтаноламина помещают в стакан вместимостью 500 см^3, охлаждают стакан в холодной

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

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 солянокислый триэтаноламин, раствор с массовой долей 25 %.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 %.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Уротропин фармокопейный, растворы с массовой долей 30 и 1 %.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации эквивалента трилона Б 0,025 моль/$дм^3$.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, х. ч.

Стандартный раствор хлористого кальция с молярной концентрацией 0,025 моль/$дм^3$: навеску массой 2,5022 г углекислого кальция, высушенного при 300 °С до постоянной массы, растворяют в стакане вместимостью 300—400 $см^3$ в 15 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1). Углекислый газ удаляют кипячением. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора хлористого кальция в г/$см^3$ окиси кальция (C) вычисляют по формуле

$$C = \frac{2{,}5022 \cdot 0{,}5604}{1000},$$

где 2,5022 — масса навески углекислого кальция, г;

0,5604 — коэффициент пересчета с углекислого кальция на окись кальция.

Стандартный раствор хлористого кальция с массовой концентрацией окиси кальция 0,001402 г/$см^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси кальция

В коническую колбу вместимостью 250—300 $см^3$ отмеряют пипеткой 20 $см^3$ стандартного раствора хлористого кальция, добавляют 1—2 капли раствора индикатора малахитового зеленого, приливают раствор гидроокиси калия с массовой долей 25 % до обесцвечивания раствора и 5 $см^3$ в избыток до установления pH 13.

Добавляют около 0,1 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до перехода флуоресцирующей зеленой окраски в фиолетовую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C_1), выраженную в г/$см^3$ окиси кальция, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{20 \cdot C}{V},$$

где 20 — объем стандартного раствора окиси кальция, $см^3$;

C — массовая концентрация стандартного раствора хлористого кальция, выраженная в г/$см^3$ окиси кальция;

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

2.3. Проведение анализа

2.3.1. В стакан вместимостью 250—300 $см^3$ отбирают пипеткой аликвотную часть 50 $см^3$ раствора 1, полученного по ГОСТ 13997.3 (или сплавляют навеску массой 0,2 г), добавляют 2 г хлористого аммония, нейтрализуют раствором аммиака до сиреневого цвета бумаги конго, приливают 20 $см^3$ раствора уротропина с массовой долей 30 % и оставляют на 10 мин на закрытой электроплитке при температуре не выше 80 °С.

Фильтруют через фильтр диаметром 11 см «красная лента», собирая фильтрат в коническую колбу вместимостью 300—500 $см^3$. Осадок промывают 5—7 раз подогретым до 50 °С раствором уротропина с массовой долей 1 %.

Полученный фильтрат разбавляют водой до объема примерно 150 $см^3$, добавляют 5 $см^3$ раствора триэтаноламина, 1—2 капли раствора индикатора малахитового зеленого. Приливают при помешивании раствор гидроокиси калия с массовой долей 25 % до обесцвечивания раствора и 5—10 $см^3$ в избыток, добавляют около 0,1 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до перехода флуоресцирующей зеленой окраски в фиолетовую.

Для улучшения перехода цвета индикатора к раствору добавляют несколько капель триэтаноламина или раствора сернистого натрия с массовой долей 20 %.

Титрование можно проводить в присутствии индикатора флуорексона.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V_1 \cdot C_1 \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_3},$$

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

C_1 — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см^3 окиси кальция;

V_2 — объем исходного раствора анализируемого материала, см^3;

m — масса навески, г;

V_3 — аликвотная часть раствора, см^3.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерений массовой доли окиси кальция приведены в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси кальция, %	Δ, %	Допускаемое расхождение, %		
		$d_к$	d_2	δ
От 0,1 до 0,2 включ.	0,04	0,05	0,04	0,03
Св. 0,2 » 0,5 »	0,07	0,08	0,07	0,04
» 0,5 » 1,0 »	0,09	0,12	0,10	0,06
» 1,0 » 2 »	0,13	0,17	0,14	0,09
» 2 » 5 »	0,2	0,3	0,2	0,1
» 5 » 10 »	0,3	0,4	0,3	0,2
» 10 » 20 »	0,4	0,5	0,4	0,3
» 20 » 35 »	0,7	0,8	0,7	0,4

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на сплавлении пробы анализируемого материала с калием пиросернокислым или со смесью для сплавления и растворении сплава в соляной кислоте. Абсорбцию раствора измеряют в присутствии лантана в пламени воздух—ацетилен, а при малых содержаниях окиси кальция — в пламени закись азота — ацетилен при длине волны 422,7 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр типа Сатурн или другие, обеспечивающие требуемую точность измерения.

Лампа с полным катодом для определения кальция.

Баллон с ацетиленом.

Баллон с закисью азота (медицинский).

Компрессор, обеспечивающий подачу сжатого воздуха, типа СО 45-А.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:4 и раствор с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм^3.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, х. ч. или ос. ч.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоживают по ГОСТ 13997.3.

Калий углекислый по ГОСТ 4221.

Смесь для сплавления, состоящая из безводных натрия углекислого и тетраборнокислого и углекислого калия в соотношении 1:1:1.

Смесь для сплавления, состоящая из безводных натрия углекислого и тетраборнокислого в соотношении 2:1.

Стандартный раствор окиси кальция с массовой концентрацией окиси кальция 0,001 г/см^3: 1,7852 г углекислого кальция, предварительно высушенного при температуре (105±5) °С в течение 1 ч, помещают в стакан вместимостью 350—400 см^3, приливают 100 см^3 воды, затем по каплям раствор соляной кислоты (1:1), нагревают до полного растворения. Раствор кипятят в течение 3—4 мин, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки, перемешивают (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор; аликвотную часть стандартного раствора А 10 см^3 переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Градуировочный стандартный раствор кальция с массовой концентрацией кальция 0,000050 г/см^3 (раствор Б).

Циркония хлорокись, х. ч.

Стандартный раствор двуокиси циркония: навеску хлорокиси циркония 13—14 г растворяют в 50—60 см^3 раствора соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм^3 в стакане вместимостью 200 см^3. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают этим же раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

Стандартный раствор соли циркония с массовой концентрацией двуокиси циркония около 0,005 г/см^3.

Лантана окись: 29,25 г окиси лантана смачивают 30 см^3 воды, добавляют концентрированную соляную кислоту по 25 см^3 (всего 50 см^3), после растворения навески полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор хлористого лантана с массовой концентрацией лантана 0,1 г/см^3.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Раствор фона (I): 2—3 г пиросернокислого калия растворяют в 50 см^3 раствора соляной кислоты (1:4), раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор фона (II): 4—5 г смеси для сплавления (2:1 или 1:1:1) растворяют в 60 см^3 соляной кислоты (1:4) при нагревании, после охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Остальные реактивы и растворы по п. 2.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску материала массой 0,5 г (при массовой доле двуокиси циркония более 65 %) смешивают с 5—6 г пиросернокислого калия и сплавляют в муфельной печи при температуре 800—850 °С в течение 20—25 мин.

Навеску материала массой 0,25 г (при массовой доле двуокиси циркония менее 65 %) смешивают с 4—5 г смеси для сплавления (2:1) или (1:1:1) и сплавляют в муфельной печи при температуре 1000 °С в течение 40—45 мин.

Остывший сплав растворяют в стакане вместимостью 300—400 см^3 в 50—60 см^3 соляной кислоты (1:4) при нагревании, обмывают тигель горячей водой. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки водой и перемешивают (раствор 1).

Для определения окиси кальция отбирают в мерные колбы вместимостью 100 см^3 аликвотные части раствора в зависимости от массовой доли окиси кальция, как указано в табл. 2, приливают по 10 см^3 раствора лантана, доводят до метки водой и перемешивают. Измеряют абсорбцию кальция на спектрофотометре при длине волны 422,7 нм.

Таблица 2

Массовая доля окиси кальция, %	Аликвотная часть исходного раствора, см^3
От 0,2 до 1,0	25
Св. 1,0 » 5,0	10—20
» 5,0 » 10,0	2—5

Допускается использование аликвотной части раствора 1 или 2 по ГОСТ 13997.4, разд. 2.

Массу кальция в граммах определяют по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 10 см^3 раствора лантана, 25 см^3 соответствующего раствора фона и по 10 см^3 стандартного раствора циркония. Затем прибавляют соответственно 0,5; 1,5; 2,5; 3,5; 4,5; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 градуировочного стандартного раствора кальция (раствор Б). Колбы доводят до метки водой и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию кальция, как указано в п. 3.3.1. По найденным значениям абсорбции и соответствующим им массам кальция в граммах строят градуировочный график. Градуировочный график строят один раз в смену при проведении партии анализов, используя ранее приготовленные стандартные растворы кальция.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю окиси кальция (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

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

m — масса навески, содержащаяся в 100 см^3 конечного раствора, г.

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля измерений массовой доли окиси кальция приведены в табл. 1.

3.4.1, 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ

(в огнеупорных материалах и изделиях с массовой долей двуокиси циркония до 65 %, кроме бадделеитовых)

4.1. Сущность метода

Метод основан на сплавлении пробы со смесью углекислого натрия и тетраборнокислого натрия, выщелачивании сплава, осаждении гидроокисей циркония, алюминия, железа и титана раствором гексаметилентетрамина и прямом комплексонометрическом титровании кальция при pH 12—13 в присутствии индикатора флуорексона или смеси флуорексона с тимолфталеином.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная с нагревом до 1000—1100 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563, № 100—9 или 100—10.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый безводный: натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоживают по ГОСТ 13997.3.

Смесь для сплавления: углекислый натрий и тетраборнокислый натрий безводные смешивают в соотношении 2:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:9.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 (d 0,91 г/см^3) и разбавленный 1:1.

Гексаметилентетрамин (уротропин) и раствор с массовой долей 30 %.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 20 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Индикатор малахитовый зеленый, спиртовой раствор с массовой долей 0,5 %.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Индикатор флуорексон: смесь с хлористым калием в соотношении 1:100 или смесь флуорексона с тимолфталеином и хлористым калием в соотношении 1:1:100.

Индикатор тимолфталексон.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Стандартный раствор хлористого кальция 0,025 моль/дм^3: 2,5023 г углекислого кальция, предварительно высушенного при температуре (110±5) °С до постоянной массы, растворяют в стакане вместимостью 400 см^3 в минимальном объеме раствора соляной кислоты (1:1) (приблизительно от 30 до 50 см^3). Углекислый газ удаляют кипячением. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора хлористого кальция в г/см^3 окиси кальция (C) вычисляют по формуле

$$C = \frac{2{,}5022 \cdot 0{,}5604}{1000},$$

где 2,5022 — масса навески углекислого кальция, г;

0,5604 — коэффициент пересчета с углекислого кальция на окись кальция.

Стандартный раствор хлористого кальция с массовой концентрацией окиси кальция 0,001402 г/см^3.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации эквивалента трилона Б 0,025 моль/дм^3: 9,3057 г трилона Б растворяют в воде, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в сосуде из пластмассы.

4.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси кальция

В коническую колбу вместимостью 500 см^3 отбирают бюреткой 20 см^3 стандартного раствора хлористого кальция, разбавляют водой примерно до 200 см^3, добавляют несколько капель раствора индикатора малахитового зеленого и затем приливают при перемешивании раствор гидроокиси калия до обесцвечивания раствора и еще 20 см^3 в избыток для установления pH 12—13.

В раствор добавляют 0,1—0,15 г сухой индикаторной смеси флуорексона с хлористым калием или смеси флуорексона с тимолфталексоном и хлористым калием и титруют раствором трилона Б до перехода желто-зеленой флуоресцирующей окраски в красную. Рекомендуется вести титрование на черном фоне для получения более резкого изменения окраски в точке эквивалентности.

Массовую концентрацию трилона Б (C_1), выраженную в г/см^3 окиси кальция, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{V \cdot C}{V_1},$$

где V — объем стандартного раствора хлористого кальция, см^3;

C — массовая концентрация стандартного раствора хлористого кальция, выраженная в г/см^3 окиси кальция;

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

Теоретическая массовая концентрация раствора трилона Б 0,025 моль/дм^3, выраженная в г/см^3 окиси кальция, равна 0,001402.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску материала массой 1,0 г смешивают в платиновом тигле с 10—12 г смеси для сплавления. Сплавление проводят в течение 1 ч при (1100±50) °С до получения прозрачного расплава.

Тигель охлаждают, переносят в стакан и выщелачивают сплав водой при нагревании. Осадок, содержащий гидроокиси циркония (гафния), алюминия, железа, титана, а также основные соли кальция и магния, отфильтровывают, осадок на фильтре промывают несколько раз горячей водой и растворяют раствором соляной кислоты (1:1), помещая раствор в стакан, в котором велось выщелачивание. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, нейтрализуют раствором гидроокиси калия до появления осадка, который растворяют несколькими каплями раствора соляной кислоты (1:1). Приливают раствор гексаметилентетрамина до полного выделения осадка гидроокисей и еще 15—20 см^3 в избыток.

Содержимое мерной колбы нагревают до температуры не выше 70 °С в течение 10—15 мин. Затем колбу охлаждают, доливают до метки водой, перемешивают и дают время на отстаивание осадка. Отфильтровывают через сухой фильтр «белая лента» в сухой стакан, отбрасывая первую порцию фильтрата 20 см^3, а остальной фильтрат используют для определения окиси кальция и суммы окисей кальция и магния (фильтрат 1).

4.3.2. 100 см^3 фильтрата 1 переносят в коническую колбу вместимостью 500 см^3 и разбавляют водой до 200 см^3. Затем добавляют несколько капель раствора малахитового зеленого и приливают раствор гидроокиси калия до обесцвечивания раствора и 20 см^3 в избыток для установления pH 12—13.

В раствор добавляют 0,1—0,15 г сухой индикаторной смеси флуорексона с хлористым калием или смеси флуорексона с тимолфталексоном и хлористым калием, раствор титруют на черном фоне раствором трилона Б до изменения желто-зеленой флуоресцирующей окраски в розовую.

4.3.3. Для определения массовой доли окиси кальция допускается использовать также аликвотную часть раствора после выделения двуокиси кремния по ГОСТ 13997.3, раствор 1.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю окиси кальция (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_2 \cdot C_1 \cdot V_3 \cdot 100}{m \cdot V_4},$$

где V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

C_1 — массовая концентрация раствора трилона, выраженная в г/см^3 окиси кальция;

V_3 — общий объем исходного раствора, см^3;

V_4 — объем аликвотной части исходного раствора, см^3;

m — масса навески, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси кальция, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 1,0 включ.	0,08
Св. 1,0 » 2,0 »	0,10
» 2,0	0,2

5. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ

5.1. Сущность метода

Метод основан на прямом комплексонометрическом титровании в присутствии индикатора кислотного хромтемно-синего. Навеску материала разлагают сплавлением с калием пиросернокислым или смесью для сплавления.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Тигли платиновые по ГОСТ 6563, № 100—9.

Печь муфельная с нагревом 850 и 1000 °С.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20 %.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный, обезвоживают по ГОСТ 13997.3.

Калий углекислый по ГОСТ 4221.

Смесь для сплавления: безводные углекислый и тетраборнокислый натрий, углекислый калий смешивают в соотношении 1:1:1.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор с массовой долей 20 %.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 %.

Уротропин фармакопейный, раствор с массовой долей 30 %.

Индикатор кислотный хромтемно-синий, свежеприготовленный раствор с массовой долей 0,5 %, готовят следующим образом: 0,5 г индикатора растворяют в 20 см^3 аммиачного буферного раствора и доводят до 100 см^3 этиловым спиртом.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Аммиачный буферный раствор для приготовления индикатора, готовят следующим образом: 8,25 г хлористого аммония смешивают с 113 см^3 аммиака и разбавляют до 1000 см^3 водой.

Индикаторная смесь сухая, готовят следующим образом: 1 г кислотного хромтемно-синего растирают в фарфоровой ступке со 100 г хлористого калия.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Стандартный раствор хлористого кальция и остальные реактивы и растворы по п. 2.2.

Установку массовой концентрации раствора трилона Б по окиси кальция проводят по п. 2.2.1,

используя индикатор кислотный хромтемно-синий в виде раствора или сухой смеси до изменения окраски раствора из сиреневой в синюю.

5.3. Проведение анализа

Навеску материала массой 0,5 г (при массовой доле окиси кальция до 10 %) сплавляют с 6—7 г пиросульфата калия в электрической муфельной печи при температуре 800—850 °С и навеску массой 0,2 г (при массовой доле окиси кальция от 10 до 35 %) сплавляют со смесью для сплавления в муфельной печи при температуре 950—1000 °С до получения прозрачного расплава. Остывший сплав растворяют в 60 $см^3$ соляной кислоты (1:3), предварительно нагретой до 80—100 °С. Если анализируют окись циркония, стабилизированную окисью магния, приливают 20 $см^3$ раствора хлористого аммония.

После охлаждения раствор нейтрализуют аммиаком до появления устойчивой мути, приливают 30 $см^3$ раствора уротропина и нагревают 10—15 мин на закрытой электроплитке (не выше 80 °С).

Допускается отделение циркония, титана, алюминия и железа аммиаком до красного цвета бумаги «конго» от одной капли. Раствор с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Затем раствор фильтруют через сухой фильтр диаметром 11 см «белая лента».

Отбросив первые две порции фильтрата, отбирают аликвотную часть раствора, равную 50 $см^3$ при массовой доле CaO до 10 % и 100 $см^3$ при массовой доле CaO от 10 до 35 %, в коническую колбу вместимостью 250—500 $см^3$.

К отобранному раствору прибавляют 50 $см^3$ воды, 15 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, 10 капель раствора кислотного хромтемно-синего или 0,10—0,15 г сухой индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до перехода цвета раствора из сиреневого цвета в синий.

Титрование можно проводить с использованием смеси индикаторов флуорексона и тимолфталеина по п. 2.3.1.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Обработка результатов — по п. 2.4.1.

5.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерений массовой доли окиси кальция приведены в табл. 1.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Л.А. Коробка, Г.И. Дмитренко, Л.А. Павлова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.09.84 № 3243**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13997.8—78**

4. **Стандарт соответствует СТ СЭВ 4431—83**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	3.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 4328—77	5.2
ГОСТ 2053—77	2.2	ГОСТ 4530—76	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 6563—75	4.2, 5.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 7172—76	2.2, 3.2, 5.2
ГОСТ 3773—72	2.2, 5.2	ГОСТ 10652—73	2.2, 4.2
ГОСТ 4199—76	3.2, 4.2	ГОСТ 13997.0—84	1.1
ГОСТ 4204—77	5.2	ГОСТ 13997.3—84	2.3.1, 3.2, 4.2, 4.3.3, 5.2
ГОСТ 4221—76	3.2, 5.2	ГОСТ 13997.4—84	3.3.1
ГОСТ 4233—77	5.2	ГОСТ 18300—87	2.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 4234—77	2.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 24363—80	2.2, 4.2

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

7. **ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в ноябре 1989 г. (ИУС 2—90)**

gost.e-ecolog.ru