ГОСТ 3594.2—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНЫ ФОРМОВОЧНЫЕ ОГНЕУПОРНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБМЕННЫХ КАТИОНОВ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Российской Федерацией

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.
За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Казахстан	Казглавстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменгосстандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 ВЗАМЕН ГОСТ 3594.2—77 в части формовочных глин

© Издательство стандартов, 1994

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Технического секретариата Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

II

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНЫ ФОРМОВОЧНЫЕ ОГНЕУПОРНЫЕ

Метод определения концентрации обменных катионов кальция и магния

Moulding refractory clays
Method for the determination of concentration of exchange cations of calcium and vagnesium

Дата введения 1995—01—01

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на комовые и порошкообразные огнеупорные глины каолинитового и каолинитогидрослюдистого состава (далее — глины), применяемые в литейном производстве в качестве минеральных связующих в составах формовочных и стержневых смесей и устанавливает метод определения концентрации обменных катионов кальция и магния.

Метод основан на вытеснении катионов кальция и магния катионами натрия обработкой навески глины раствором хлористого натрия с последующим определением суммы катионов кальция и магния титрованием раствором трилона Б в присутствии индикатора хромоген черного и отдельно катионов кальция в присутствии индикатора флуоресона.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты и технические условия:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3594.0—93 Глины формовочные огнеупорные. Общие требования к методам испытаний

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 5712—78 Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 23932—90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ТУ 6—09—5077—87 Калий хлористый 2-водный

3 АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

3.1 Весы лабораторные 2-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г с погрешностью ±0,2 мг по ГОСТ 24104

3.2 Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева 105—110 °С

3.3 Ступка агатовая или яшмовая

3.4 Аммиак водный по ГОСТ 3760

3.5 Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 1 моль/дм^3.

3.6 Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, насыщенный раствор.

3.7 Трилон Б 0,05 раствор, приготовленный следующим образом: трилон Б 0,1 моль/дм^3 (фиксанал) растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 2 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

3.8 Калия гидроксид и натрия гидроксид по ГОСТ 4328, 20 %-ные растворы.

3.9 Малахитовый зеленый (индикатор) по отраслевой нормативно-технической документации, 0,2 %-ный раствор водный или спиртовой.

3.10 Кальцеина динатриевая соль (флуоресцон) по отраслевой нормативно-технической документации.

3.11 Индикаторные смеси:

0,1 г флуоресцона растирают с 10 г хлористого натрия до однородной массы;

хромоген черный смешивают с хлористым калием в соотношении 1:99, смесь тщательно растирают до однородной массы.

3.12 Раствор буферный аммиачный:

20 г хлористого аммония растворяют в 500 см^3 воды; приливают 100 см^3 аммиака и доводят водой до объема 1000 см^3.

3.13 Хромоген черный (индикатор).

3.14 Калий хлористый 2-водный по ТУ 6—09—5077.

3.15 Стаканы химические вместимостью 250—300 см^3 по ГОСТ 23932.

3.16 Колба мерная вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 1770.

3.17 Колбы конические вместимостью 250—300 см³.
3.18 Воронки для фильтрования.
3.19 Пипетки по ГОСТ 23932.

4 ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

4.1 Общие требования к методу испытания — по ГОСТ 3594.0.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

5.1 Навеску глины массой 5 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 150 см³ 1 моль/дм³ раствора хлористого натрия, перемешивают в течение 5—10 мин и дают отстояться в течение 1 ч. Затем раствор отфильтровывают через фильтр «синяя лента» диаметром 12—14 мм в мерную колбу вместимостью 500 см³.

5.2 Навеску повторно обрабатывают хлористым натрием до отсутствия в фильтрате промывной жидкости ионов кальция (реакция с насыщенным раствором щавелевокислого аммония). Контрольную реакцию проводят не раньше чем наберется около 500 см³ фильтрата после отфильтровывания каждых 50 см³ жидкости. Раствор в мерной колбе доводят водой до метки и перемешивают.

5.3 От полученного раствора отбирают аликвоту объемом 100 см³ в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, прибавляют 1—2 капли малахитового зеленого (раствор окрашивается в голубовато-зеленый цвет) и прибавляют 20 %-ный раствор гидроксида калия до обесцвечивания раствора и 10 см³ в избыток. Прибавляют 30—50 мг смеси флуорексона и раствор для определения катионов кальция титруют раствором трилона Б до оранжево-розовой окраски с резким уменьшением зеленой флуоресценции.

5.4 От исходного раствора отбирают аликвоту объемом 100 см³ в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, приливают 5 см³ аммиачного буферного раствора, добавляют на кончике шпателя индикаторную смесь с хромогеном черным. Затем раствор для определения суммы катионов кальция и магния титруют раствором трилона Б до перехода окраски из вишнево-красного цвета в голубой.

5.5 Через все стадии испытания проводят контрольный опыт.

6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 Концентрацию катионов кальция (X), мг-экв на 100 г глины, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}05 \cdot 100}{m} - X_1, \qquad (1)$$

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

0,05 — нормальность раствора трилона Б;

100 — коэффициент для пересчета на 100 г глины;

m — масса глины в аликвоте раствора, г;

X_1 — масса кальция в контрольном опыте, мг·экв.

6.2 Концентрацию катионов кальция или магния (X_2), мг·экв на 100 г глины, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{0{,}05 \cdot 100}{m_1} - X_3, \qquad (2)$$

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

m_1 — масса глины в аликвоте раствора, см^3;

X_3 — концентрация кальция и магния в контрольном опыте, мг·экв.

6.3 Концентрацию катионов магния (X_4), мг·экв на 100 г глины, вычисляют по формуле

$$X_4 = X_2 - X. \qquad (3)$$

Результаты анализа рассчитывают до третьего и округляют до второго десятичного знака.

7 ТОЧНОСТЬ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

7.1 Расхождение результатов двух параллельных определений не должно превышать 2,5 мг·экв. Если расхождение превышает 2,5 мг·экв, — то испытание повторяют.

7.2 За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов трех испытаний.

УДК 666.32:543.06:006.354 А59

Ключевые слова: глины формовочные огнеупорные, определение концентрации обменных катионов кальция и магния

ОКСТУ 4191

gost.e-ecolog.ru