МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Методы определения оксида кальция

Издание официальное

БЗ 1—2000

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным Техническим комитетом по стандартизации МТК 9; Украинским Государственным научно-исследовательским институтом огнеупоров (УкрНИИО)

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 11 от 23 апреля 1997 г.)

За принятие 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
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 15 декабря 1999 г. № 513-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2642.7—97 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 2642.7—86

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Комплексонометрический метод определения оксида кальция в огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле от 0,2 до 99 %) 2
5 Комплексонометрический метод определения оксида кальция в хромсодержащих огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле от 0,3 до 4 %) 4
6 Ускоренный комплексонометрический метод определения оксида кальция в магнезиальных огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле от 0,23 до 45 %) 6
7 Атомно-абсорбционный метод определения оксида кальция в кремнеземистых, алюмосиликатных, глиноземистых и высокомагнезиальных материалах (при массовой доле от 0,02 до 15 %) 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Методы определения оксида кальция

Refractories and refractory raw materials.
Methods for determination of calcium oxide

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземоизвестковые, известковые, высокомагнезиальные, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные, магнезиально-известковые и устанавливает методы определения оксида кальция:

- комплексонометрические — при массовых долях оксида кальция от 0,2 до 99 %, от 0,3 до 4 % для хромсодержащих;
- атомно-абсорбционный — при массовой доле оксида кальция от 0,02 до 15 % для кремнеземистых, алюмосиликатных, глиноземистых, высокомагнезиальных материалов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 2642.0—86 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 2642.3—97 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида кремния (IV)
ГОСТ 2642.4—97 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида алюминия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия
ГОСТ 4147—74 Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия
ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4221—76 Калий углекислый. Технические условия
ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4234—76 Калий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4530—76 Кальций углекислый. Технические условия
ГОСТ 5833—75 Сахароза. Технические условия
ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия
ГОСТ 7172—76 Калий пиросернокислый
ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)
ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 24523.4—80 Периклаз электротехнический. Методы определения окиси кальция

Издание официальное

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа и безопасности труда — по ГОСТ 2642.0.

4 Комплексонометрический метод определения оксида кальция в огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле от 0,2 до 99 %)

4.1 Сущность метода

Метод основан на прямом комплексонометрическом титровании ионов кальция раствором трилона Б с использованием в качестве индикатора кислотного хрома темно-синего или смеси флуорексона с тимолфталеином и на обратном комплексонометрическом титровании с использованием в качестве второго титранта раствора хлористого кальция и индикатора кислотного хрома сине-черного для определения массовой доли оксида кальция в магнезиальных материалах и огнеупорных изделиях.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая нагрев до температуры 1000—1100 °С.

Тигли платиновые № 100-7 и 100-10 по ГОСТ 6563.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре (400 ± 20) °С.

Калий углекислый по ГОСТ 4221.

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

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Смесь для сплавления: углекислый натрий и тетраборнокислый натрий безводный смешивают в отношении 2:1.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

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

Уротропин фармакопейный, раствор массовой долей 30 %.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор массовой долей 30 %, хранят в полиэтиленовом сосуде.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Сахароза по ГОСТ 5833.

Триэтаноламин, разбавленный 1:3 и 1:1, способ очистки — по ГОСТ 24523.4.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Индикатор малахитовый зеленый, спиртовый раствор массовой долей 0,2 %.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор массовой долей 25 %.

Индикаторная бумага Конго.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, растворы с молярной концентрацией эквивалента 0,025 моль/дм^3 и 0,05 моль/дм^3.

Индикатор флуорексон.

Индикатор тимолфталеин.

Индикаторная смесь: 0,1 г флуорексона и 0,1 г тимолфталеина растирают в фарфоровой ступке с 20 г хлористого калия.

Индикатор кислотный хром темно-синий.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора кислотного хрома темно-синего растирают в фарфоровой ступке с 10 г хлористого калия.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Индикатор эриохром сине-черный Р.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора эриохрома сине-черного растирают в фарфоровой ступке с 30 г хлористого натрия.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3.

Стандартный раствор оксида кальция: 5,0044 г углекислого кальция, высушенного при температуре (110 ± 5) °С до постоянной массы, осторожно растворяют в стакане в 30 см^3 соляной кислоты (1:1). Углекислый газ удаляют кипячением. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой, перемешивают (раствор А).

Массовую концентрацию стандартного раствора А оксида кальция C, г/см^3 оксида кальция, вычисляют по формуле

$$C = \frac{56{,}08 \cdot 0{,}05}{1000}, \quad (1)$$

где 56,08 — молярная масса оксида кальция, г;

0,05 — молярность стандартного раствора оксида кальция.

Массовую концентрацию раствора трилона Б по оксиду кальция устанавливают прямым титрованием следующим образом.

В коническую колбу вместимостью 300 см^3 отмеряют пипеткой 10 см^3 стандартного раствора оксида кальция, прибавляют 100 см^3 воды, 1—2 капли раствора индикаторного малахитового зеленого, нейтрализуют раствором гидроксида калия до обесцвечивания раствора, затем добавляют в избыток 20 см^3 этого раствора для установления pH 12—13.

Добавляют 0,1—0,15 г индикаторной смеси кислотного хрома темно-синего и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из сиреневой в синюю. В случае использования индикаторной смеси флуорексона с тимолфталеином титруют до перехода флуоресцирующей зеленой окраски в фиолетовую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б C_1, г/см^3 оксида кальция, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{10\,C}{V}, \quad (2)$$

где C — массовая концентрация стандартного раствора, г/см^3 оксида кальция;

10 — объем стандартного раствора оксида кальция, см^3;

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

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску материала массой 0,2—0,25 г помещают в платиновый тигель № 100-7, смешивают с 4—5 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при температуре (1000 ± 50) °С в течение 10—30 мин до получения прозрачного расплава.

Остывший сплав вместе с тиглем опускают в стакан, в который предварительно налито 60 см^3 соляной кислоты (1:3), растворение заканчивают на электроплитке со слабым нагревом. Вынимают тигель, сполоснув его водой. Для хромсодержащих огнеупорных материалов и изделий допускается сплавление навески с 4—5 г пиросернокислого калия и растворение сплава в воде с добавлением 7 см^3 серной кислоты. Растворяют до появления белых паров серного ангидрида. Раствор охлаждают, приливают 100 см^3 холодной воды.

При анализе кремнеземистых огнеупорных материалов и изделий подготовку исходного раствора ведут по ГОСТ 2642.4 по 5.3.1 (раствор 1).

В полученные растворы приливают 15—20 см^3 раствора хлористого аммония, нагревают до 40—50 °С, осаждают сумму полуторных оксидов и кремниевую кислоту раствором аммиака, приливая его до появления слабого запаха. Раствор с осадком выдерживают 5—10 мин на электроплитке без кипения. Допускается проводить осаждение полуторных оксидов раствором уротропина: в полученный раствор после растворения сплава добавляют 2 г хлористого аммония и нейтрализуют раствором аммиака до сиреневого цвета бумаги Конго, приливают 20 см^3 раствора уротропина и оставляют на 10 мин на электроплитке при температуре не выше 70 °С. Далее анализ полученных растворов ведут одинаково.

Раствор охлаждают, вводят 0,2—0,5 г сахарозы, 3—5 см^3 раствора триэтаноламина (1:3) и вместе с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Отфильтровывают через сухой фильтр, отбросив две первые порции фильтрата. Аликвотную часть раствора, равную 100 см^3, с содержанием оксида кальция до 10 % и 50 см^3 свыше 10 % используют для определения оксида кальция, оставшуюся часть раствора используют для определения оксида магния.

Для определения оксидов кальция и магния могут быть использованы аликвотные части растворов, полученных по ГОСТ 2642.3, разделы 4, 7, 9 и ГОСТ 2642.4, раздел 5.

В отобранную для определения оксида кальция аликвотную часть раствора прибавляют 1—2 капли индикатора малахитового зеленого, нейтрализуют раствором гидроксида калия до обесцвечивания раствора, приливают в избыток 15—20 см^3 раствора гидроксида калия для установления pH 12—13, а затем добавляют 0,1—0,15 г индикаторной смеси кислотного хрома темно-синего и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из сиреневой в синюю.

В случае использования индикаторной смеси флуорексона с тимолфталеином титруют до перехода флуоресцирующей зеленой окраски раствора в фиолетовую, а при использовании индикатора эриохрома сине-черного — до перехода окраски из малиновой в голубую.

В зависимости от массовой доли оксида кальция применяют растворы трилона Б различных концентраций. При массовой доле оксида кальция от 0,3 до 5 % применяют раствор трилона Б 0,025 моль/дм^3, от 5 до 99 % — 0,05 моль/дм^3.

Допускается замена осаждения полуторных оксидов маскировкой их триэтаноламином. Для этого в отобранную для определения оксида кальция аликвотную часть раствора, полученного по ГОСТ 2642.3, разделы 4, 7, 9, добавляют при помешивании 5 см^3 триэтаноламина (1:1), 10 см^3 раствора гидроксида калия и разбавляют водой до 150 см^3. Затем добавляют 0,1 г индикаторной смеси флуорексона с тимолфталеином и титруют раствором трилона Б до перехода флуоресцирующей зеленой окраски раствора в фиолетовую.

4.3.2 Определение массовой доли оксида кальция в магнезиальных огнеупорных материалах и изделиях выполняют методом обратного комплексонометрического титрования по ГОСТ 24523.4. При массовой доле оксида кальция свыше 3 % добавляют 20 см^3 раствора трилона Б.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю оксида кальция X при прямом методе титрования, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 C_1 250}{m V_2} \cdot 100, \qquad (3)$$

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

C_1 — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см^3 оксида кальция;

250 — объем исходного раствора, см^3;

m — масса навески, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см^3.

4.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида кальция приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля оксида кальция	Нормы точности и нормативы контроля точности			
	Δ	d_k	d_2	δ
От 0,02 до 0,05 включ.	0,02	0,03	0,02	0,01
Св. 0,05 » 0,1 »	0,03	0,04	0,03	0,02
» 0,1 » 0,2 »	0,04	0,05	0,04	0,03
» 0,2 » 0,5 »	0,07	0,08	0,07	0,04
» 0,5 » 1 »	0,09	0,12	0,10	0,06
» 1 » 2 »	0,13	0,16	0,13	0,08
» 2 » 5 »	0,20	0,25	0,20	0,15
» 5 » 10 »	0,3	0,4	0,3	0,2
» 10 » 20 »	0,4	0,5	0,4	0,3
» 20 » 50 »	0,6	0,7	0,6	0,4
» 50 » 99 »	0,7	0,8	0,7	0,5

5 Комплексонометрический метод определения оксида кальция в хромсодержащих огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле от 0,3 до 4 %)

5.1 Сущность метода

Метод основан на обратном комплексонометрическом титровании избытка раствора трилона Б раствором хлористого кальция при pH 12—13 с флуорексоном в качестве индикатора.

5.2 Реактивы и растворы

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199 предварительно обезвоживают в платиновой чашке на электрической плитке, затем в электрической печи при постепенном повышении

температуры от 600 до (900 ± 50) °С. Полученный плавленый тетраборнокислый натрий охлаждают, растирают в порошок и сохраняют в банке для сыпучего материала или в эксикаторе.

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

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Уротропин (гексаметилентетрамин), раствор массовой долей 30 %.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор массовой долей 20 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Индикатор малахитовый зеленый, спиртовый раствор массовой долей 0,5 %.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Железа (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147, раствор массовой долей 0,5 %: 5 г хлорида железа (III) 6-водного растворяют в 1000 см^3 воды с добавлением 10 см^3 соляной кислоты (d = = 1,19 г/см^3).

Индикатор флуорексон, смесь с хлористым калием в соотношении 1:100.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Кальций хлористый, раствор молярной концентрации 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 количестве (30—50 см^3) раствора соляной кислоты (1:1). Углекислый газ удаляют кипячением. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор хлористого кальция имеет массовую долю оксида кальция 0,001402 г/см^3. Коэффициент пересчета с углекислого кальция на оксид кальция равен 0,5604.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм^3: 9,3056 г трилона Б растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой, перемешивают. Раствор хранят в сосуде из пластмассы.

5.3 Проведение анализа

Навеску материала массой 0,25 г смешивают в платиновом тигле с 4—6 г смеси для сплавления. Сплавляют в течение 1 ч при температуре (1100 ± 50) °С до образования прозрачного расплава.

После охлаждения сплав растворяют раствором соляной кислоты (1:1) при слабом нагревании. Прибавляют по каплям пероксид водорода для восстановления хрома до трехвалентного состояния или добавляют 5 см^3 раствора хлорида железа и 1 см^3 концентрированной азотной кислоты, нейтрализуют раствором гидроксида калия до появления осадка, который растворяют несколькими каплями раствора соляной кислоты (1:1). Приливают раствор уротропина до полного осаждения гидроксидов и еще 15—20 см^3 в избыток, нагревают до температуры не более 70 °С в течение 10—15 мин. Охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят водой до метки, перемешивают и дают осадку отстояться. Отфильтровывают через сухой фильтр, отбросив первую порцию фильтрата. Остальной фильтрат используют для определения оксидов кальция и магния.

Для определения оксида кальция 100 см^3 фильтрата переносят в коническую колбу вместимостью 500—600 см^3 и доводят водой до 200 см^3. Затем из бюретки прибавляют 25 см^3 0,025 моль/дм^3 раствора трилона Б, несколько капель раствора малахитового зеленого, добавляют раствор гидроксида калия до обесцвечивания и еще 20 см^3 в избыток для установления pH 12—13.

Добавляют небольшое количество смеси флуорексона с хлористым калием и избыток раствора трилона Б, оттитровывают 0,025 моль/дм^3 раствором хлористого кальция до изменения розовой окраски в флуоресцирующую желто-зеленую.

Объем раствора хлористого кальция 0,025 моль/дм^3, расходуемого на титрование 25 см^3 0,025 моль/дм^3 раствора трилона Б, устанавливают при контрольном опыте в тех же условиях.

Для определения оксидов кальция и магния может быть использован раствор после выделения оксида кремния (IV) и отделения гидроксидов по ГОСТ 2642.3 или ГОСТ 2642.4.

В этом случае используют весь раствор (фильтрат) и поступают, как указано выше.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю оксида кальция X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2)\, V_3\, 0{,}001402}{V_4\, m} \cdot 100, \qquad (4)$$

где V_1 — объем 0,025 моль/дм^3 раствора хлористого кальция, израсходованного на титрование 25 см^3 0,025 моль/дм^3 трилона Б в контрольном опыте, см^3;

V_2 — объем 0,025 моль/дм^3 раствора хлористого кальция, израсходованного на титрование, см^3;
V_3 — общий объем исходного раствора, см^3;
V_4 — объем аликвотной части исходного раствора, см^3;
m — масса навески, г.

5.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида кальция приведены в таблице 1.

6 Ускоренный комплексонометрический метод определения оксида кальция в магнезиальных огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле от 0,2 до 45 %)

6.1 Сущность метода

Метод основан на определении оксида кальция комплексонометрическим титрованием с эриохромом сине-черным Р в качестве индикатора.

6.2 Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:3.

Триэтаноламин, разбавленный 1:1.

Индикатор эриохром сине-черный Р.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор массовой долей 20 %, хранят в полиэтиленовом сосуде.

Сахароза по ГОСТ 5833, раствор массовой долей 2 %.

Индикатор флуорексон.

Индикатор тимолфталеин.

Индикатор кислотный хром темно-синий.

Индикаторная бумага Конго.

Соль динатриевая этилендиамин- N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,0125 моль/дм^3 и 0,025 моль/дм^3.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора эриохрома сине-черного Р растирают в фарфоровой ступке с 30 г хлористого натрия.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Массовую концентрацию раствора трилона Б, г/см^3 оксида кальция, устанавливают по 4.2. В качестве индикатора применяют эриохром сине-черный и титруют до перехода окраски раствора из малиновой в голубую.

6.3 Проведение анализа

Навеску материала массой 0,1 г, помещенную в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 15 см^3 соляной кислоты (1:3), закрывают колбу шариковым воздушным холодильником или крышкой и умеренно кипятят в течение 5 мин на электроплитке слабого нагрева. После растворения колбу снимают с плитки, приливают 100 см^3 горячей воды, 1 см^3 раствора триэтаноламина (1:1), 2 см^3 раствора сахарозы, нейтрализуют раствором гидроксида калия по бумаге Конго, приливают в избыток 15—20 см^3 для установления pH 12—13, добавляют 0,1—0,2 г индикаторной смеси эриохрома сине-черного и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из малиновой в голубую. Допускается также использование аликвотной части раствора в объеме 100 см^3, полученного по ГОСТ 2642.3, раздел 6

В качестве индикатора можно применять индикаторные смеси кислотного хрома темно-синего или флуорексона с тимолфталеином.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю оксида кальция X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V C}{m} \cdot 100, \qquad (5)$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, см^3;
C — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см^3 оксида кальция;
m — масса навески, г.

6.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида кальция приведены в таблице 1.

7 Атомно-абсорбционный метод определения оксида кальция в кремнеземистых, алюмосиликатных, глиноземистых и высокомагнезиальных материалах (при массовой доле от 0,02 до 15 %)

7.1 Сущность метода

Метод основан на разложении пробы смесью фтористоводородной и серной кислот и измерении атомной абсорбции кальция в пламени оксид азота (I) — ацетилен или воздух — ацетилен при длине волны 422,7 нм.

7.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Чашки платиновые № 118-3 по ГОСТ 6563 или чашки из стеклоуглерода № 2.

Сушильный шкаф с терморегулятором, обеспечивающий нагрев до температуры (110 ± 5) °С.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая нагрев до температуры (600 ± 50) °С.

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения кальция.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Оксид лантана или соли лантана, раствор с массовой концентрацией лантана 0,1 г/см^3: 29,25 г оксида лантана растворяют в 50 см^3 соляной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Калий углекислый по ГОСТ 4530.

Стандартный раствор оксида кальция массовой концентрации оксида 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).

Стандартный раствор оксида кальция массовой концентрации оксида кальция 0,00005 г/см^3: 25 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой, перемешивают (раствор Б).

Серии градуировочных стандартных растворов оксида кальция готовятся следующим образом. В мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0; 20,0 см^3 стандартного раствора Б оксида кальция, что соответствует 0,000025; 0,000050; 0,000075; 0,000100; 0,000150; 0,000200; 0,000400; 0,000600; 0,000800; 0,001000 г оксида кальция. К растворам добавляют 5 см^3 раствора лантана, доливают до метки водой перемешивают.

7.3 Проведение анализа

Навеску пробы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку или в чашку из стеклоуглерода, смачивают водой, приливают 15 см^3 фтористоводородной кислоты, 2—3 см^3 серной кислоты и выпаривают на закрытой электроплитке при периодическом помешивании до появления паров серного ангидрида. Чашку охлаждают, обмывают стенки водой и выпаривают содержимое чашки досуха. Сухой остаток прокаливают в муфельной печи при температуре (600 ± 50) °С в течение 2—3 мин. Остаток при нагревании растворяют в 20—30 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, тщательно очищая дно и стенки чашки стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Раствор кипятят 8—10 мин, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают. Затем фильтруют через двойной сухой фильтр «синяя лента», отбрасывая первые две порции фильтрата.

В зависимости от массовой доли оксида кальция в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают аликвотную часть фильтрата в соответствии с таблицей 2, добавляют 5 см^3 раствора лантана, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 2

Массовая доля оксида кальция, %	Аликвотная часть, см^3
От 0,02 до 0,05 включ.	50
Св. 0,05 » 0,7 »	50
» 0,7 » 3,5 »	10
» 3,5 » 7 »	5
» 7 » 15 »	2

Измеряют абсорбцию кальция в пламени оксид азота (I) — ацетилен или ацетилен — воздух при длине волны 422,7 нм. Измерение проводят методом ограничивающих растворов. После каждого измерения распыляют воду и проверяют нуль прибора.

7.4 Обработка результатов

7.4 1 Массу оксида кальция m, г, в аликвотной части анализируемого раствора вычисляют по формуле

$$m = m_1 + \frac{(m_2 - m_1)(A - A_1)}{A_2 - A_1}, \quad (6)$$

где m_1 и m_2 — масса оксида кальция в градуировочных растворах ($m_2 > m_1$), г;

A — атомное поглощение анализируемого раствора;

A_1, A_2 — атомное поглощение градуировочных стандартных растворов.

7.4.2 Массовую долю оксида кальция X_3, г, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m\,V}{m_3\,V_1} \cdot 100, \quad (7)$$

где m — масса оксида кальция в аликвотной части анализируемого раствора, г;

V — общий объем исходного раствора, см^3;

m_3 — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

7.4.3 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида кальция приведены в таблице 1.

УДК 666.76:543.06:006.354 МКС 81.080 И29 ОКСТУ 1509

Ключевые слова: огнеупоры, огнеупорное сырье, оксид кальция, метод комплексонометрический, метод атомно-абсорбционный

Редактор *Р С Федорова*
Технический редактор *В Н Прусакова*
Корректор *В Е Нестерова*
Компьютерная верстка *В И Грищенко*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 05 06.2000 Подписано в печать 13 06 2000 Усл печ л 1,40
Уч -изд л 1,05 Тираж 302 экз С 5292 Зак 554

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru