
Изменение № 1 ГОСТ 2642.8—81 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси магния

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.04.85 № 1210 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

(Продолжение см. с. 168)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2642.8—81)

На обложке и первой странице под обозначением стандарта указать обозначения: (СТ СЭВ 4550—84, СТ СЭВ 4551—84).

Вводная часть. Заменить слова: «магнезиально-силикатных» на «магнезиально-силикатных кремнеземистых и карбидкремниевых»; дополнить словами: «**комплексометрический метод при массовой доле окиси магния до 3 % и атомно-абсорбционный метод при массовой доле окиси магния до 10 %**»;

(Продолжение см. с. 169)

второй абзац дополнить словами: «СТ СЭВ 4550—84 и СТ СЭВ 4551—84 в части определения окиси магния».

Стандарт дополнить разделами — 4, 5: «4. Комплексометрический метод определения окиси магния в материалах и изделиях кремнеземистых и карбид-кремниевых (при массовой доле окиси магния до 3 %)

4.1. Массовую долю окиси магния определяют по ГОСТ 13997.9—84, разд. 4.

4.2. Для анализа используют исходный раствор, полученный по ГОСТ 2642.3—81, разд. 8, а для анализа карбидкремниевых материалов — исходный раствор, полученный по ГОСТ 10153—70.

5. Атомно-абсорбционный метод определения окиси магния в материалах и изделиях огнеупорных кремнеземистых с массовой долей двуокиси кремния 80 % и более (при массовой доле окиси магния до 10 %).

Настоящий метод не распространяется на огнеупорные материалы и изделия, содержащие бескислородные соединения кремния, например, карбид кремния.

5.1. Сущность метода

Метод основан на разложении пробы смесью фтористоводородной и хлорной кислот и измерении атомной абсорбции магния в пламени ацетилен-воздух при длине волны 285,2 нм.

5.2. Аппаратура

Атомно-абсорбционный спектрофотометр со всеми принадлежностями.

5.3. Реактивы и растворы

Кислота хлорная.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор с массовой долей 40 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленный раствор 1:1.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Магний металлический.

Окись лантана.

Оксихинолат.

Стандартные растворы магния.

Раствор А: 0,6032 г магния растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 2000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г окиси магния.

Раствор Б: 20 см³ раствора А отмеряют пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,00001 г окиси магния.

Добавочный раствор: 11,7 г окиси лантана и 100 г оксихинолата растворяют в 1000 см³ раствора соляной кислоты.

5.4. Проведение анализа

5.4.1. В платиновый тигель помещают навеску пробы массой 0,2 г (при предполагаемой массовой доле окиси магния свыше 3 % применяют навеску 0,1 г), добавляют 3 см³ хлорной кислоты и 10 см³ раствора фтористоводородной кислоты и нагревают на песчаной бане до образования белых паров хлорной кислоты. После охлаждения тигля добавляют снова 3 см³ хлорной кисло-

(Продолжение см. с. 170)

ты и 10 см³ раствора фтористоводородной кислоты и на песчаной бане выпаривают досуха.

После охлаждения растворяют содержимое тигля в стакане вместимостью 250 см³ в 20 см³ раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Из этого раствора отмеряют в мерную колбу вместимостью 100 см³ пипеткой аликвотную часть, содержащую не более 0,0005 г окиси магния, добавляют 10 см³ добавочного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию параллельно в растворе пробы, растворах для построения градуировочного графика и растворе контрольного опыта при длине волны 285,2 нм.

5.4.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют пипеткой 5; 10; 20; 30; 40 и 50 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000050; 0,000100; 0,000200; 0,000300; 0,000400 и 0,000500 г окиси магния. Во все колбы прибавляют пипеткой по 10 см³ добавочного раствора, колбы доливают до метки водой и перемешивают. Далее поступают, как указано в п. 5.4.1. По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям окиси магния строят градуировочный график.

5.5. Обработка результатов

5.5.1. Массовую долю окиси магния X_3 в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(C - C_1) \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация окиси магния в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_1 — концентрация окиси магния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — общий объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси магния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 0,5 включ.	0,08
Св. 0,5 » 1,0 »	0,10
» 1,0 » 2,5 »	0,15
» 2,5 » 5,0 »	0,25
» 5,0 » 10,0 »	0,35

(ИУС № 7 1985 г.)