

Изменение № 1 ГОСТ 2642.7—81 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси кальция

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.

На обложке и первой странице под обозначением стандарта указать обозначения: (СТ СЭВ 4549—84, СТ СЭВ 4551—84).

Вводная часть. Первый абзац после слов «от 0,3 до 45 %» дополнить словами: «комплексонометрический метод для кремнеземистых огнеупорных материалов и изделий с массовой долей двуокиси кремния 80 % и более, а также карбидкремниевых при массовой доле окиси кальция до 6 %»; после слов «от 1 до 45 %» дополнить словами: «а также атомно-абсорбционный метод для кремнеземистых огнеупорных материалов и изделий с массовой долей двуокиси кремния 80 % и более при массовой доле окиси кальция до 5 %»;

второй абзац дополнить словами: «СТ СЭВ 4549—84 и СТ СЭВ 4551—84 в части определения окиси кальция».

Стандарт дополнить разделами — 4, 5: «4. Комплексонометрический метод определения окиси кальция в кремнеземистых огнеупорных материалах и изделиях с массовой долей двуокиси кремния 80 % и более и карбидкремниевых (при массовой доле окиси кальция до 6 %).

4.1. Сущность метода

Метод основан на определении окиси кальция комплексонометрическим титрованием с флуорексоном или смесью флуорексона и тимолфталексона в качестве индикатора.

4.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 1,19 г/см³ и раствор 1:10.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор с массовой долей 20 %.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Триэтаноламин по НТД, раствор 1:4.

Индикатор флуорексон по НТД.

Индикатор тимолфталексон по НТД.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Смесь индикаторная: флуорексон с хлористым калием в соотношении 1:100 или смесь флуорексона с тимолфталексоном и хлористым калием в соотношении 1:1:100.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

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

Кальций хлористый, раствор: 0,8924 г углекислого кальция, высушенного при температуре (110±5) °С до постоянной массы, переносят в высокий стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 100 см³ раствора соляной кислоты. Двуокись углерода из раствора удаляют нагреванием раствора почти до ки-

(Продолжение см. с. 166)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2642.7—81)

пения, затем раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0005 г окиси кальция.

Соль динатриевая этилендиамина-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор молярной концентрации эквивалента трилона Б 0,01 моль/дм³: 3,73 г трилона Б растворяют в 300 см³ воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C_1), выраженную в г/см³ окиси кальция, вычисляют по формуле

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

где V — объем раствора хлористого кальция, см³;

C — массовая концентрация стандартного раствора хлористого кальция, выраженная в г/см³ окиси кальция;

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

4.3. Проведение анализа

Из исходного раствора, полученного для кремнеземистых материалов по ГОСТ 2642.3—81, а для карбидкремниевых материалов по ГОСТ 10153—70, отмеряют в коническую колбу пипеткой аликвотную часть раствора, содержащую до 0,012 г окиси кальция, доливают водой до объема 150 см³, добавляют несколько капель раствора малахитового зеленого, 15 см³ раствора триэтанолamina и при непрерывном перемешивании добавляют медленно раствор гидроксида калия до обесцвечивания раствора, затем добавляют еще 20 см³ раствора гидроксида калия в избыток. В раствор добавляют 0,1—0,15 г индикаторной смеси флуорексона с хлористым калием или флуорексона с тимолфталексоном и хлористым калием и на черном фоне титруют раствором трилона до исчезновения зеленой флуоресценции.

Чтобы добиться большей интенсивности флуоресценции, следует применять для освещения раствора источник света с синим светофильтром и светопропускаемостью около 490 нм. Свет должен в этом случае падать в направлении, перпендикулярном оси наблюдения.

4.4. Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{V \cdot C_1 \cdot V_1}{V_2 \cdot m} \cdot 100,$$

где V — общий объем исходного раствора, см³;

C_1 — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см³ окиси кальция;

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

V_2 — объем аликвотной части исходного раствора, см³;

m — масса навески, г.

(Продолжение см. с. 167)

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений 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 » 6,0 »	0,20

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

Метод основан на разложении пробы смесью фтористоводородной и хлорной кислот и измерении атомной абсорбции кальция в пламени ацетилен-воздух при длине волны 422,7 нм.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр со всеми принадлежностями.

Кислота хлорная плотностью 1,67 г/см³.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, плотностью 1,19 г/см³ и разбавленная 1:1.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Магний металлический по НТД.

Окись лантана.

Оксихинолат.

Стандартные растворы кальция.

Раствор А: 0,8924 г углекислого кальция переносят в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют 20 см³ раствора соляной кислоты. После растворения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

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

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

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г окиси кальция.

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

5.3. Проведение анализа

5.3.1. В платиновый тигель помещают навеску пробы массой 0,2 г (при предполагаемом содержании окиси кальция свыше 3 % применяют навеску 0,1 г), добавляют 3 см³ хлорной кислоты и 10 см³ раствора фтористоводород-

(Продолжение см. с. 168)

ной кислоты и нагревают на песчаной бане до образования белых паров хлорной кислоты. После охлаждения тигля добавляют снова 3 см³ хлорной кислоты и 10 см³ раствора фтористоводородной кислоты и на песчаной бане выпаривают досуха.

После охлаждения растворяют содержимое тигля в стакане 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 кальция, добавляют 10 см³ добавочного раствора, доливают до метки и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию параллельно в растворе пробы, растворах для построения градуировочного графика и растворе контрольного опыта при длине волны 422,7 нм.

5.3.2. 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 кальция. Во все колбы прибавляют пипеткой по 10 см³ добавочного раствора, колбы доливают до метки водой и перемешивают. Далее поступают, как указано в п. 4.4.1. По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям окиси кальция строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю окиси кальция X_3 в процентах вычисляют по формуле

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

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

C_1 — концентрация окиси кальция 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.

5.4.2. Расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля окиси кальция, %	Абсолютное допустимое расхождение, %
До 0,2 включ.	0,03
Св. 0,2 » 0,5 »	0,05
» 0,5 » 1,0 »	0,08
» 1,0 » 2,0 »	0,10
» 2,0 » 5,0 »	0,20

(ИУС № 7 1985 г.)