

## КАОЛИН БОГАЩЕННЫЙ

Метод определения оксида кальция

Concentrated kaolin.

Method for determination of calcium oxide

ГОСТ

19609.4—89

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.91

до 01.01.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на обогащенный каолин и устанавливает комплексонометрический метод определения оксида кальция.

Метод основан на образовании комплекса трилона Б с ионами кальция в щелочном растворе.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 19609.0.

## 2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Основной раствор, приготовленный по п. 2.4 ГОСТ 19609.1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор концентрации 250 г/дм<sup>3</sup>, хранят в полиэтиленовой посуде.

Уротропин фармакопейный, раствор концентрации 300 г/дм<sup>3</sup>.

Сахароза по ГОСТ 5833, раствор концентрации 20 г/дм<sup>3</sup>.

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

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Флуорексон, приготовленный следующим образом: 0,1 г флуорексона тщательно растирают с 10 г хлористого натрия.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Стандартный раствор кальция, приготовленный следующим образом: 2,5023 г углекислого кальция, высушенного при 100—105 °С до постоянной массы, растворяют в 20 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 соляной кислоты. Раствор количественно переносят в мерную колбу

вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> стандартного раствора соответствует 1,402 мг оксида кальция.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,025 моль/дм<sup>3</sup>, приготовленный по п. 4.2 ГОСТ 19609.1.

Для установления массовой концентрации раствора трилона Б отмеряют 10, 15 и 20 см<sup>3</sup> стандартного раствора кальция в конические колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают по 100 см<sup>3</sup> воды, по 5 см<sup>3</sup> сахарозы и 30 см<sup>3</sup> гидроксида кальция. Добавляют 0,01—0,02 г индикатора флуорексона и титруют 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствором трилона Б до изменения флуоресцирующей зеленой окраски в розовую.

Массовую концентрацию 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б (С) по оксиду кальция в граммах на сантиметр кубический вычисляют по формуле

$$C = \frac{V \cdot 0,001402}{V_1},$$

где  $V$  — объем стандартного раствора кальция, взятый на титрование, см<sup>3</sup>;

0,001402 — масса оксида кальция, соответствующая 1 см<sup>3</sup> стандартного раствора, г;

$V_1$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

От основного раствора отбирают аликвотную часть 50 см<sup>3</sup> в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, нагревают до 70—80 °С и нейтрализуют горячий раствор разбавленным 1:1 раствором аммиака до начала выпадения осадка, восстанавливают его прозрачность, прибавляя по каплям разбавленную 1:3 соляную кислоту, приливают 15 см<sup>3</sup> уротропина. Раствор с осадком выдерживают при 70—80 °С 10—15 мин и фильтруют через фильтр «красная лента» в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, осадок промывают 6—7 раз горячей водой и отбрасывают.

Допускается проводить осаждение полуторных окислов раствором аммиака: отбирают от основного раствора аликвотную часть 50 см<sup>3</sup> в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, нагревают до 70—80 °С, осаждают сумму полуторных окислов и кремниевую кислоту раствором аммиака, приливая его до слабого запаха. Раствор с осадком выдерживают 5—10 мин на электроплитке без кипения и фильтруют через фильтр «красная лента» в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, осадок промывают 6—7 раз горячей водой

и отбрасывают. Далее анализ полученных растворов ведут одинаково.

Раствор охлаждают, приливая 5 см<sup>3</sup> раствора сахарозы, 30 см<sup>3</sup> гидроксида калия, прибавляют 0,01—0,02 г индикатора флуорексона и титруют 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствором трилона Б до изменения флуоресцирующей зеленой окраски в розовую.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю оксида кальция ( $X_{CaO}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{CaO} = \frac{V \cdot C \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m}$$

где  $V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование с учетом контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$C$  — массовая концентрация раствора трилона Б по оксиду кальция, г/см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем основного раствора, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем аликвотной части основного раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески каолина, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,15 % при массовой доле оксида кальция до 1,0 % и 0,20 % — при массовой доле более 1,0 %.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством промышленности строительных материалов СССР

## ИСПОЛНИТЕЛИ

И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы)

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.03.89 № 485

3. ВЗАМЕН ГОСТ 19609.4—79

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела |
|---|---------------|
| ГОСТ 3118—77                            | 2             |
| ГОСТ 3760—79                            | 2             |
| ГОСТ 4233—77                            | 2             |
| ГОСТ 4530—76                            | 2             |
| ГОСТ 5833—75                            | 2             |
| ГОСТ 10652—73                           | 2             |
| ГОСТ 19609.0—89                         | 1             |
| ГОСТ 19609.1—89                         | 2             |
| ГОСТ 24363—80                           | 2             |