

Изменение № 2 ГОСТ 2642.12—86 Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения закиси марганца

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 07.02.92 № 120

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения закиси марганца»

Refractories and refractory raw materials. Methods for the determination of manganese protoxide».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: (СТ СЭВ 975—88).

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия всех типов и устанавливает методы определения закиси марганца:

фотометрический при массовой доле закиси марганца от 0,05 до 1,0 % для высокомагнезиальных и магнезиально-известковых;

атомно-абсорбционный при массовых долях закиси марганца от 0,1 до 10 % и от 0,01 до 1,0 % для высокомагнезиальных и магнезиально-известковых огнеупоров»;

третий абзац изложить в новой редакции: «Атомно-абсорбционные методы основаны на измерении атомной абсорбции марганца в пламени воздух-ацетилен при длине волны 279,5 нм»;

четвертый абзац исключить.

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слово: «соляной» на «серной».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений закиси марганца приведены в таблице.

Массовая доля закиси марганца, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %			
	Δ	d_k	d_z	ε
От 0,01 до 0,02 включ.	0,008	0,010	0,009	0,005
Св. 0,02 > 0,05 >	0,013	0,016	0,013	0,008
> 0,05 > 0,1 >	0,018	0,023	0,019	0,011
> 0,1 > 0,2 >	0,03	0,04	0,03	0,02
> 0,2 > 0,5 >	0,04	0,05	0,04	0,03
> 0,5 > 1 >	0,06	0,07	0,06	0,04
> 1 > 2 >	0,08	0,10	0,09	0,05
> 2 > 5 >	0,13	0,16	0,13	0,08
> 5 > 10 >	0,18	0,23	0,19	0,12

Раздел 5. Наименование. Заменить слово: «магнезиальных» на «высокомагнезиальных».

Пункт 9.2 изложить в новой редакции: «9.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли закиси марганца приведены в таблице».

Стандарт дополнить наименованием и пунктами — 10—12:

«Атомно-абсорбционный метод определения закиси марганца (при массовой доле закиси марганца от 0,1 до 10 %)»

10. Аппаратура, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для марганца.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Печь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева $(1000 \pm 50)^\circ\text{C}$.

(Продолжение см. с. 140)

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборно-кислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный при температуре 400 °С.

Смесь для сплавления, состоящая из углекислого натрия и безводного натрия тетраборно-кислого в соотношении 2:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Фоновый раствор: 16—20 г смеси для сплавления растворяют в 240 см³ соляной кислоты (1:3), разбавляют до 1 дм³ и перемешивают.

Марганец металлический по ГОСТ 6008—90.

Стандартный раствор закиси марганца: 0,7745 г марганца помещают в стакан, приливают 10 см³ азотной кислоты (1:1), добавляют 10 см³ соляной кислоты (1:1) и упаривают досуха. Соли растворяют в 20 см³ соляной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают, 1 см³ раствора содержит 0,001 г закиси марганца (раствор А).

Градуировочный раствор закиси марганца: —10 см³ стандартного раствора А пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 0,00005 г закиси марганца (раствор Б).

Для приготовления стандартного раствора закиси марганца допускается использовать соли марганца квалификации не ниже х.ч.

11. Проведение анализа

11.1. Навеску пробы массой 0,2 г сплавляют в платиновом тигле со смесью для сплавления при температуре 950—1000 °С. Сплав выщелачивают в 60 см³ соляной кислоты (1:3), и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см³. Раствор доводят до метки водой и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора 10—50 см³ (аликвотная часть раствора должна содержать от 0,00005 до 0,001 г закиси марганца), доводят до метки фоновым раствором, перемешивают и измеряют атомное поглощение растворов в пламени ацетилен-воздух при длине волны 279,5 нм.

Массу закиси марганца в граммах находят по градуировочному графику.

11.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают аликвотные части градуировочного раствора Б: 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0; 12,0; 15,0; 17,0; 20,0 см³ что соответствует 0,00005; 0,00015; 0,00020; 0,00035; 0,0005; 0,0006; 0,00075; 0,00085; 0,00100 г закиси марганца, доливают до метки фоновым раствором, перемешивают и измеряют атомное поглощение растворов в пламени ацетилен-воздух при длине волны 279,5 нм.

12. Обработка результатов

12.1. Массовую долю закиси марганца (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1},$$

где m_1 — масса закиси марганца, найденная по градуировочному графику, г;
 V — объем исходного раствора, см³;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³.

12.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли закиси марганца приведены в таблице.

(ИУС № 5 1992 г.)