

Изменение № 1 ГОСТ 2642.12 86 Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения закиси марганца

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 25.10.89 № 3176

Дата введения 01.07.90

На обложке, первой странице и вводной части стандарта заменить обозначение **СТ СЭВ 975—78** на **СТ СЭВ 975—88**.

Наименование стандарта. Заменить слово «метод» на «методы», «method» на «methods»

Вводная часть Первый абзац - Заменить слова: «фотометрический метод определения закиси марганца (при массовой доле от 0,05 до 1,0 %)» на «методы определения закиси марганца -- фотометрический (при массовой доле закиси марганца от 0,05 до 1,0 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле закиси марганца от 0,01 до 1,0 %)»;

второй абзац Заменить слово «Метод» на «Фотометрический метод»;

дополнить абзацем (после второго): «Атомно-абсорбционный метод основан на разложении пробы соляной кислотой или спекании с перекисью натрия и измерении абсорбции закиси марганца в пламени воздух-ацетилен при длине волны 279,5 нм»

Стандарт дополнить наименованием (перед разд 1):

«Фотометрический метод определения закиси марганца в магниезиальных и магниезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле закиси марганца от 0,05 до 1,0 %)».

Раздел 2. Третий абзац дополнить словами: «раствор с массовой долей 40 %»;

девятый абзац. Заменить слова и значение: «мерную колбу» на «в мерную колбу», 0,001 г/см³ на 1,000 мг/см³;

десятый абзац. Заменить значение 0,0001 г/см³ на 0,100 мг/см³;

последний абзац исключить.

Пункт 3.1. Второй абзац Заменить значение: 0,001 г на 1,0 мг.

Пункт 4.2. Таблицу изложить в новой редакции:

Массовая доля закиси марганца, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,02 включ.	0,002
Св. 0,02 » 0,05 »	0,004
» 0,05 » 0,10 »	0,006
» 0,10 » 0,25 »	0,010
» 0,25 » 0,50 »	0,03
» 0,50 » 1,00	0,06

Стандарт дополнить разделами — 5—9.

«Атомно-абсорбционный метод определения закиси марганца в магниезиальных и магниезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле закиси марганца от 0,01 до 1,0 %)»

5. Общие требования

5.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 2642.0—86

6. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для закиси марганца.

Тигли платиновые и серебряные по ГОСТ 6563—75

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1:1 и 1:4.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

(Продолжение см. с. 246)

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76 обезвоживают при температуре (400 ± 20) °С.

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

Натрия перекись.

Магния окись по ГОСТ 4526—75

Растворы окиси магния

Раствор А: в стакан вместимостью 400 см³ взвешивают 5,0 г окиси магния, осторожно добавляют 100 см³ раствора соляной кислоты 1:1 и нагревают до растворения. Затем приблизительно в 150 см³ воды растворяют 5,0 г углекислого натрия и 9,5 г тетраборнокислого натрия. Раствор осторожно подкисляют 150 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Углекислый газ удаляют кипячением. Растворы охлаждают, соединяют и переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Раствор Б: в стакан вместимостью 400 см³ взвешивают 5,0 г окиси магния и осторожно растворяют при нагревании в 220 см³ раствора соляной кислоты 1:4. Затем в 100 см³ воды растворяют 20 г перекиси натрия. После этого растворы соединяют и нагревают 5—10 мин до кипения. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и раствор 1:1.

Марганец металлический по ГОСТ 6008—82

Стандартный раствор марганца 0,7752 г марганца помещают в стакан вместимостью 250 см³ и накрывают часовым стеклом, растворяют в 30 см³ раствора азотной кислоты при нагревании. Затем раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1,000 мг закиси марганца.

Разбавленный стандартный раствор марганца: отбирают пипеткой 10 см³ стандартного раствора марганца в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,100 мг закиси марганца.

7. Подготовка к анализу

7.1. Кислотное растворение пробы с последующим сплавлением нерастворившегося остатка в смеси для сплавления

Навеску пробы массой 10 г сырья или 0,5 г обожженного материала помещают в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Горячий раствор фильтруют через фильтр средней плотности. Стенки стакана и фильтр обмывают горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Фильтр с нерастворимым остатком помещают в платиновый тигель и осторожно озоляют. Остаток в тигле сплавляют с 1,0 г смеси для сплавления на пламени горелки.

Охлажденный сплав растворяют в 5 или максимально 10 см³ раствора соляной кислоты 1:1 без нагревания и добавляют в мерную колбу. Содержимое колбы доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

7.2. Разложение пробы спеканием с перекисью натрия

Навеску пробы массой 2,5 г сырья или 1,25 г обожженного материала тщательно перемешивают в серебряном или платиновом тигле с 5 г перекиси натрия. Тигель накрывают крышкой, переносят в электрическую печь с автоматической регулировкой температуры и нагревают при температуре (490 ± 10) °С в течение 5—7 мин.

После охлаждения содержимое тигля переносят в стакан вместимостью 600 см³ и приливают 100 см³ воды для выщелачивания спеченной пробы. Остаток пробы на стенках тигля растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты 1:4 и добавляют в стакан с пробой. Тигель с крышкой ополаскивают водой, стакан накрывают часовым стеклом и приливают 35 см³ раствора соляной кислоты 1:4. Содержимое стакана нагревают 5—10 мин до растворения и удаления

(Продолжение см. с. 247)

углекислого газа Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

7.3. Приготовленный по п. 7.1 или 7.2 раствор должен быть прозрачным. Если раствор мутный, то аликвотную часть основного раствора фильтруют через сухой плотный фильтр в сухой стакан. Первые две части фильтрата отбрасывают. Новую порцию фильтрата используют для определения непосредственно или после разбавления.

8. Проведение анализа

Растворы пробы, приготовленные по п. 7.1 или 7.2, распыляют в пламени воздух-ацетилен, обогащенном воздухом. Используют резонансную длину волны 279,5 нм. Записывают значения сигнала из трех измерений. Одновременно с анализом проб градуируют прибор по стандартным растворам или растворам стандартных образцов, приготовленным по п. 7.1 или 7.2. Через все стадии анализа измеряют контрольный опыт на содержание в реактивах марганца. При необходимости растворы проб разбавляют водой (в 2—10 раз). В растворы перед разбавлением добавляют раствор оксида магния А при приготовлении раствора пробы по п. 7.1 или раствор оксида магния Б при приготовлении раствора пробы по п. 7.2, чтобы концентрация солей осталась на уровне неразбавленного раствора пробы.

Для градуировки прибора непосредственно (в единицах концентрации) или для построения градуировочного графика готовят серию стандартных растворов в диапазоне концентрации от 1,0 до 20,0 мг/см³ закиси марганца. Для этого в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют из бюретки 1,0; 3,0; 6,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³ разбавленного стандартного раствора закиси марганца.

Во все колбы добавляют по 50 см³ раствора окиси магния А при приготовлении раствора пробы по п. 7.1 или раствора окиси магния Б при приготовлении раствора пробы по п. 7.2. Затем доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Измерение значений атомной абсорбции стандартных растворов проводят непосредственно перед измерением атомной абсорбции раствора пробы и повторяют после окончания измерений в тех же условиях. На основе полученных средних результатов с учетом показаний контрольного опыта строят градуировочный график.

(Продолжение см. с. 248)

В процессе измерения атомной абсорбции неоднократно проверяют правильность результатов измерения по растворам стандартных образцов.

Наибольшая концентрация стандартного раствора имеет только информационное значение, так как приборы, имеющие корректор кривизны, позволяют измерять более высокие концентрации.

9. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{C \cdot V \cdot 10^{-4}}{m},$$

где C — массовая концентрация закиси марганца, найденная по градуировочному графику или отсчитанная по прибору с цифровым отсчетом показаний с учетом контрольного опыта, мг/см³;

V — общий объем исходного раствора, см³;

m — масса навески пробы, г.

9.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице».

(ИУС № 1 1990 г.)