

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

Методы определения окиси магния

Refractory materials and products.
Methods for the determination of
magnesium oxide

ОКСТУ 1509

ГОСТ

2642.8—86

[СТ СЭВ 2220—80,
СТ СЭВ 4550—84,
СТ СЭВ 4551—84]

Взамен

ГОСТ 2642.8—81

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1986 г. № 1312 срок действия установлен

с 01.07.87

до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноzemистые, глиноземо-известковые, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные, известково-периклазовые и карбидкремниевые и устанавливает методы определения окиси магния: комплексонометрические методы (при массовой доле окиси магния от 1 до 98 %) — для перечисленных типов огнеупорных материалов и изделий; комплексонометрический метод для анализа огнеупорных материалов и изделий, содержащих хром и хромовые руды, при массовой доле окиси магния от 1 и более 45 % и комплексонометрический метод для кремнеземистых огнеупорных материалов и изделий с массовой долей двуокиси кремния 80 % и более, а также карбидкремниевых при массовой доле окиси магния до 3 %; атомно-абсорбционные методы — для кремнеземистых огнеупорных материалов и изделий с массовой долей двуокиси кремния 80 % и более при массовой доле окиси магния до 10 % и для кремнеземистых, алюмосиликатных, глиноzemистых при массовой доле окиси магния от 0,1 до 10 %.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2220—80, СТ СЭВ 4550—84, СТ СЭВ 4551—84.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2642.0—86.

2. МЕТОД ОБРАТНОГО КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

[при массовой доле окиси магния от 1 до 98 %]

2.1. Сущность метода

Метод основан на обратном комплексонометрическом титровании суммы окисей кальция и магния с индикатором 1,2-(пиридинил-азо)-2-нафтолом при pH 10 в растворе после осаждения аммиаком или уротропином суммы полуторных окислов вместе с кремниевой кислотой. Массовую долю окиси магния вычисляют по разности суммарной массовой доли окислов кальция, магния и окиси кальция.

2.2. Реактивы и растворы

Магний сернокислый по ГОСТ 4523—77, х.ч.

Окись магния марки 11—2 по ГОСТ 4526—75, х.ч. или ос.ч.

Стандартный раствор окиси магния молярной концентрации 0,05 моль/дм³: 12,3245 г сернокислого магния растворяют в воде и переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси магния 0,002016 г/см³ (C_2).

Для приготовления стандартного раствора допускается применять окись магния, предварительно прокаленную при (950 ± 50) °C до постоянной массы.

Раствор аммиачный буферный с pH 10: 67,5 г хлористого аммония растворяют в воде, приливают 570 см³ раствора аммиака и доводят водой до 1000 см³.

Медь (II) сернокислая 5-водная (сульфат меди) по ГОСТ 4165—78, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм³: 12,5 г сернокислой меди растворяют в воде, приливают 2 см³ серной кислоты, доводят водой до 1000 см³, перемешивают.

Индикатор 1,2-(пиридинил-азо)-2-нафтол (ПАН), спиртовый раствор 2 г/дм³.

Остальные реактивы и растворы — по ГОСТ 2642.7—86.

Устанавливают соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди: отмеряют бюреткой 10 см³ раствора трилона Б в коническую колбу вместимостью 300 см³, прибавляют примерно 100 см³ воды, 15—20 см³ аммиачного буферного раствора с pH 10, 5—7 капель индикатора ПАН и титруют раствором сернокислой меди до перехода окраски из желто-зеленой в сине-фиолетовую. Для оценки соотношения растворов проводят не менее трех титрований и берут среднее арифметическое значение объемов раствора сернокислой меди, израсходованных на титрование.

Соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V}{V_1},$$

где V — объем раствора трилона Б, взятый для установки соотношения, см³;

V_1 — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование, см³.

2.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси магния

В коническую колбу вместимостью 300 см³ отбирают пипеткой 10 см³ стандартного раствора окиси магния, приливают примерно 100 см³ воды, 35 см³ раствора трилона Б, 10—15 см³ аммиачного буферного раствора с pH 10 и 5—7 капель раствора индикатора ПАН. Избыток раствора трилона Б оттитровывают раствором сернокислой меди до перехода окраски раствора из желто-зеленой в сине-фиолетовую. Для установки массовой концентрации раствора трилона Б по окиси магния проводят не менее трех титрований.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C) в г/см³ окиси магния вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_2 \cdot 10}{V_2 - KV_3},$$

где C_2 — массовая концентрация стандартного раствора окиси магния, г/см³;

10 — объем аликовотной части стандартного раствора окиси магния, см³;

V_2 — объем раствора трилона Б, см³;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

V_3 — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см³.

2.3. Проведение анализа

Аликовотную часть раствора, полученного по ГОСТ 2642.7—86, равную 50 или 100 см³ в зависимости от массовой доли окиси магния, или соответствующую аликовотную часть раствора, полученного по ГОСТ 2642.4—86 (раствор 4), помещают в коническую колбу вместимостью 300 см³, прибавляют от 25 до 60 см³ раствора трилона Б (в зависимости от суммарной массовой доли окисей кальция и магния), приливают 10—15 см³ аммиачного буферного раствора, 5—7 капель раствора индикатора ПАН и оттитровывают избыточное количество раствора трилона Б раствором сернокислой меди до перехода окраски раствора из желто-зеленой в сине-фиолетовую.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю окиси магния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \left(\frac{V_3 - K \cdot V_4}{m} - \frac{X}{C_1 \cdot 100} \right) \cdot C \cdot 100,$$

где V_3 — объем раствора трилона Б, добавленный с избытком для связывания кальция и магния, см³;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

V_4 — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см³;

m — масса навески пробы, взятая для титрования в аликовтной части, г;

X — массовая доля окиси кальция, % (определяют по ГОСТ 2642.7—86);

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

C — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см³ окиси магния.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси магния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1,0 до 2,5 включ.	0,10
Св. 2,5 » 5,0 »	0,15
» 5,0 » 10,0 »	0,20
» 10,0 » 20,0 »	0,30
» 20,0 » 50,0 »	0,4
» 50,0 » 98,0 »	0,5

3. МЕТОД ПРЯМОГО КОМПЛЕКСНОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ МАГНИЯ В ХРОМСОДЕРЖАЩИХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси магния от 1 до 45%)

3.1. Сущность метода

Метод основан на комплекснометрическом титровании при pH 10 в присутствии индикатора метилтимолового синего (или эриохром черного T), суммарной массы окисей магния и кальция. Массовую долю окиси магния вычисляют по разности суммарной массовой доли окисей кальция и магния и массовой доли окиси кальция.

3.2. Реактивы и растворы

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1.

Раствор аммиачный буферный pH 10: 70 г хлористого аммония смешивают с 570 см³ аммиака и разбавляют водой до 1000 см³.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79.

Триэтаноламин, разбавленный 1:3; неочищенный триэтаноламин, имеющий бурую окраску, очищают следующим образом: 100 см³ триэтаноламина помещают в стакан вместимостью 500 см³, охлаждают стакан в холодной воде и добавляют при помешивании 150 см³ смеси концентрированной соляной кислоты с этиловым спиртом в соотношении 1:1. Выделившиеся кристаллы солянокислого триэтаноламина отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 2—3 раза спиртом и высушивают на воздухе.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Индикатор эриохром черный Т: 0,1 г индикатора смешивают с 10 г хлористого натрия.

Индикатор метилтимоловый синий: 0,1 г индикатора смешивают с 10 г хлористого калия.

Магний металлический 99,99.

Стандартный раствор окиси магния молярной концентрации 0,025 моль/дм³; 0,6080 г металлического магния (предварительно обработанного раствором соляной кислоты (1:9) и высушенного) помещают в стакан вместимостью 40 см³ и растворяют при нагревании в 20 см³ соляной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси магния (C_1) 0,001008 г/см³ (коэффициент пересчета с металлического магния на окись магния равен 1,6575).

Приготовление стандартного раствора окиси магния допускается проводить по п. 2.2.

Остальные реактивы и растворы — по ГОСТ 2642.7—86, разд. 3.

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают по стандартному раствору окиси магния.

Для установки массовой концентрации раствора трилона Б отбирают из бюrette 50 см³ стандартного раствора окиси магния в стакан вместимостью 600 см³, нейтрализуют раствором аммиака, добавляют 0,3 г гидроксиламина солянокислого, 2—5 см³ раствора триэтаноламина, 20 см³ буферного раствора и разбавляют водой до 100 см³. После добавления 0,1—0,2 г смеси индикатора эриохром черного Т с хлористым натрием винно-красный раствор титруют раствором трилона Б до синего окрашивания. В случае применения смеси индикатора метилтимолового синего с хлорис-

тым калием раствор титруют до изменения синей окраски в серую.

Массовую концентрацию 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б по окиси магния (C) в г/см³ вычисляют по формуле

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

где V — объем стандартного раствора окиси магния, см³;

C_1 — массовая концентрация стандартного раствора, г/см³ окиси магния;

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

Теоретическая массовая концентрация раствора трилона Б молярной концентрации 0,025 моль/дм³ по окиси магния равна 0,001008.

3.3. Проведение анализа

Для определения суммарной массовой доли окисей кальция и магния аликвотную часть исходного раствора, полученного по ГОСТ 2642.7—86, равную 50 см³, переносят в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 0,3 г гидроксиамина солянокислого, 2—5 см³ раствора триэтаноламина, 20 см³ буферного раствора и 0,1—0,2 г смеси эриохром черного Т с хлористым натрием. Винно-красный раствор титруют раствором трилона Б до синего окрашивания. В случае применения индикаторной смеси метилтимолового синего с хлористым калием раствор титруют до изменения синей окраски в серую.

Для определения суммы окисей кальция и магния можно использовать фильтрат после отделения двуокиси кремния и гидроокисей, полученный по ГОСТ 2642.4—86 или ГОСТ 2642.7—86. В этом случае используют весь фильтрат и анализ проводят, как указано выше.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю окиси магния (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_2 \cdot C \cdot V_3}{m \cdot V_4} \cdot 100 - 0,719 \cdot X,$$

где V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы окисей кальция и магния, см³;

C — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см³ окиси магния;

V_3 — объем исходного раствора, см³;

m — масса навески, г;

V_4 — объем аликвотной части исходного раствора, см³;

0,719 — коэффициент пересчета окиси кальция на окись магния;

X — массовая доля окиси кальция, % (определяют по ГОСТ 2642.7—86).

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси магния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 10,0 включ.	0,15
Св. 10,0 » 25,0 »	0,30
» 25,0 » 45,0 »	0,4
» 45,0	0,5

4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ МАГНИЯ В КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ И КАРБИДКРЕМНИЕВЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ (при массовой доле окиси магния до 3%)

4.1. Массовую долю окиси магния определяют по ГОСТ 13997.9—84, разд. 4, используя навеску массой 0,25 г.

4.2. Для анализа используют исходный раствор, полученный по ГОСТ 2642.3—86, разд. 8, а для анализа карбидкремниевых материалов — исходный раствор, полученный по ГОСТ 10153—70.

4.3. Для титрования применяют раствор трилона Б с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³.

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ МАГНИЯ В ОГНЕУПОРНЫХ КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ 80% И БОЛЕЕ (при массовой доле окиси магния до 10%)

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, реагенты и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для магния.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Кислота хлорная.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

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

Магний металлический 99,99.

Оксис лантана.

8-Оксихинолин по ГОСТ 5847—76.

Стандартный раствор окиси магния: 0,6032 г магния растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 2000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси магния 0,0005 г/см³ (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор: 20 см³ раствора А отмеряют пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией окиси магния 0,00001 г/см³ (раствор Б).

Добавочный раствор: 11,7 г окиси лантана и 100 г оксихинолата 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 предполагаемой массовой доле окиси магния выше 3% применяют навеску массой 0,1 г), добавляют 3 см³ яблочной кислоты, 10 см³ раствора фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха на песчаной бане.

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, перемешивают.

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

Измеряют атомную абсорбцию одновременно в растворе пробы, растворах для построения градуировочного графика и растворе контрольного опыта при длине волны 285,2 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 градуировочного 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. 5.3.1. По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям окиси магния в г/см³ строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю окиси магния (X_3) в процентах вычисляют по формуле

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

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

C_1 — массовая концентрация окиси магния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, $\text{г}/\text{см}^3$;

V — общий объем конечного раствора пробы, см^3 ;

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

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых 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

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ МАГНИЯ В ОГНЕУПОРНОМ СЫРЬЕ, КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ, АЛЮМОСИЛИКАТНЫХ И ГЛИНОЗЕМИСТЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси магния от 0,1 до 10%)

6.1. Сущность метода

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

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для магния.

Магния окись по ГОСТ 4526—75.

Стандартный раствор окиси магния с массовой концентрацией окиси магния $0,001 \text{ г}/\text{см}^3$: 1 г окиси магния, прокаленной при $(950 \pm 50)^\circ\text{C}$ до постоянной массы, растворяют в 40 см^3 соляной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 , доливают водой до метки, перемешивают (раствор А).

Стандартный раствор окиси магния с массовой концентрацией окиси магния $0,000025 \text{ г}/\text{см}^3$: 5 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3 , доливают водой до метки, перемешивают (раствор Б).

6.2.1. Приготовление серии градуировочных стандартных растворов окиси магния

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0 см³ стандартного раствора Б окиси магния, что соответствует 0,000025; 0,000050; 0,000075; 0,000100; 0,000150; 0,000200; 0,000250; 0,000300; 0,000350 и 0,000400 г окиси магния. К растворам добавляют по 5 см³ раствора лантана, доливают до метки водой, перемешивают.

6.3. Проведение анализа

6.3.1. Подготовку исходного раствора проводят по ГОСТ 2642.7—86, разд. 6.

6.3.2. Аликвотная часть фильтрата в зависимости от предполагаемой массовой доли окиси магния указана в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля окиси магния, %	Аликвотная часть раствора, см ³
От 0,1 до 0,8	10
Св. 0,8 » 1,5	5
» 1,5 » 10	2

Аликвотную часть фильтрата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора лантана, доливают до метки водой, перемешивают.

Измеряют абсорбцию магния при длине волны 285,2 нм в воздушно-ацетиленовом пламени.

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Обработку результатов проводят по ГОСТ 2642.7—86, разд. 6.

6.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля окиси магния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,10 до 0,20 включ.	0,02
Св. 0,20 » 0,50 »	0,04
» 0,50 » 1,0 »	0,10
» 1,0 » 2,0 »	0,15
» 2,0 » 5,0 »	0,20
» 5,0 » 10,0 »	0,30

**7. УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ПРЯМОГО КОМПЛЕКСНОМЕТРИЧЕСКОГО
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ МАГНИЯ В МАГНЕЗИАЛЬНЫХ ОГНЕУПОРНЫХ
МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ**
{при массовой доле окиси магния от 50 до 98%}

7.1. Сущность метода

Метод основан на определении окиси магния комплексометрическим титрованием с эриохром черным Т в качестве индикатора.

7.2. Реактивы и растворы

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

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72 и раствор 100 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:4.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор 200 г/дм³, хранят в полиэтиленовом сосуде.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Индикатор эриохром сине-черный Р.

Индикатор эриохром черный Т.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора эриохром сине-черного Р растирают в фарфоровой ступке с 30 г хлористого натрия.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора эриохром черного Т растирают в фарфоровой ступке с 10 г хлористого натрия.

Аммиачный буферный раствор с pH 10: 54 г хлористого аммония растворяют в воде, добавляют 350 см³ раствора аммиака и доводят водой до 1000 см³.

Индикаторная бумага конго.

Триэтаноламин, разбавленный 1:1; если раствор имеет бурую окраску, его очищают по п. 3.2.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор молярной концентрации 0,05 и 0,0125 моль/дм³.

Магний сернокислый по ГОСТ 4523—77, х.ч. или окись магния по ГОСТ 4526—75, х.ч.

Стандартный раствор окиси магния с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³, готовят по п. 2.2.

7.2.1. Массовую концентрацию раствора трилона Б по окиси магния устанавливают по стандартному раствору окиси магния.

Аликовотную часть стандартного раствора окиси магния помещают в коническую колбу вместимостью 300 см³, приливают 20 см³ буферного раствора и разбавляют водой до 100 см³.Добавляют 0,15—0,2 г индикаторной смеси эриохром черного Т и титруют раствором трилона Б до перехода малиновой окраски в синюю. Для улучшения контрастности изменения цвета добавляют 2—3 см³ раствора триэтаноламина (1:1).

Для определения массовой концентрации раствора трилона Б по окиси магния проводят не менее трех титрований.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C) в г/см³ по окиси магния вычисляют по формуле

$$C = \frac{V_2 \cdot C_2}{V_1} ,$$

где V — объем аликовтной части стандартного раствора окиси магния, см³;

C_2 — массовая концентрация стандартного раствора, г/см³ окиси магния;

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

7.3. Проведение анализа

Навеску материала массой 0,1 г, взятую в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 15 см³ раствора соляной кислоты (1:1), выпаривают до объема 1,5—2 см³ на электроплитке закрытого типа.

Добавляют в стакан 30 см³ горячей воды, 2—3 см³ раствора хлористого аммония, раствор кипятят и осторожно, по каплям, добавляют раствор аммиака, осаждают гидроокись железа и алюминия. Полноту осаждения контролируют по бумаге конго. Затем раствор снова кипятят и отфильтровывают осадок на фильтр «красная лента». Небольшим количеством горячей воды обмывают стакан 3—4 раза, осадок на фильтре промывают 5—6 раз.

Полученный фильтрат объемом около 100 см³ подогревают до кипения, добавляют 10 см³ раствора гидроокиси калия, 0,2 г индикаторной смеси эриохром сине-черного и титруют кальций раствором 0,0125 моль/дм³ трилона Б до перехода окраски из малиновой в голубую.

В оттитрованный раствор добавляют раствор соляной кислоты (1:1) до полного растворения гидрата окиси магния (изменение цвета бумаги конго до синего). Добавляют 10 см³ аммиачного буферного раствора, 0,2 г индикаторной смеси эриохром черного и титруют магний раствором 0,05 моль/дм³ трилона Б до перехода окраски из малиновой в синюю. Для усиления контрастности изменения цвета добавляют 2—3 см³ раствора триэтаноламина (1:1).

Допускается определение магния из суммы окисей кальция и магния при подготовке исходного раствора из навески массой 0,1 г по п. 3.3.

7.4. Обработка результатов

7.4.1. Массовую долю окиси магния (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{V_2 \cdot C}{m} \cdot 100 ,$$

где V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование магния, см³;

C — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см³ окиси магния;

m — масса навески, г.

7.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Изменение № 1 ГОСТ 2642.8—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси магния

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 07.02.92 № 118

Дата введения 01.07.92

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

Refractories and refractory raw materials. Methods for the determination of magnesium oxide».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначения: (СТ СЭВ 2220—80, СТ СЭВ 4550—84, СТ СЭВ 4551—84).

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземо-известковые, высокомагнезиальные, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные, известково-периклазовые и карбидкремниевые и устанавливает методы определения окиси магния»:

комплексонометрические при массовых долях окиси магния от 0,5 до 99 %, от 1 до 45 % для хромсодержащих, до 3 % для кремнеземистых и карбидкремниевых;

атомно-абсорбционные при массовых долях окиси магния до 10 % для кремнеземистых огнеупоров и от 0,1 до 10 % для огнеупорного сырья, кремнеземистых, алюмосиликатных и глиноземистых огнеупоров»;

второй абзац исключить.

Раздел 2. Наименование изложить в новой редакции: «2. Комплексонометрический метод определения окиси магния (при массовой доле окиси магния от 0,5 до 99 %)».

Пункт 2.2. Заменить слова: «раствор 2 г/дм³» на «раствор с массовой долей 0,2 %»;

дополнить абзацами (после седьмого): «Индикатор эриохром черный Т.

Индикаторная смесь: 0,1 г эриохром черного растирают в фарфоровой ступке с 10 г хлористого натрия».

Пункт 2.3. Заменить слова: «раствор 4» на «разд. 3».

дополнить абзацем: «Допускается проводить определение массовой доли суммы окисей магния и кальция методом прямого комплексонометрического титрования с индикатором эриохром черным Т. Для этого к аликовотной части раствора, нагретой до температуры 50—60 °C, приливают 10 см³ раствора аммиака, добавляют около 0,2 г индикаторной смеси и титруют раствором трилон-Б до перехода окраски раствора из малиновой в синюю».

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси магния приведены в таблице.

Массовая доля окиси магния, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %			
	Δ	d _k	d ₁	δ
От 0,1 до 0,2 включ.	0,04	0,05	0,04	0,03
Св. 0,2 > 0,5 >	0,06	0,08	0,06	0,04
> 0,5 > 1 >	0,08	0,10	0,08	0,05
> 1 > 2 >	0,09	0,12	0,10	0,06
> 2 > 5 >	0,14	0,20	0,15	0,10
> 5 > 10 >	0,20	0,25	0,20	0,15
> 10 > 20 >	0,3	0,4	0,3	0,2
> 20 > 50 >	0,5	0,6	0,5	0,3
> 50 > 99 >	0,6	0,7	0,6	0,4

(Продолжение см. с. 132)

Раздел 3. Наименование. Заменить слова: «Метод прямого комплексонометрического титрования магния» на «Комплексонометрический метод определения окиси магния».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли окиси магния приведены в табл. 1».

Пункт 5.2. Восьмой абзац. Заменить ссылку: «по ГОСТ 5847—76» на «по НТД».

Пункты 5.4.2, 6.4.2 изложить в новой редакции: «5.4.2 (6.4.2). Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси магния приведены в таблице».

Раздел 7. Наименование. Заменить слово и значение: «магнезиальных» на «высокомагнезиальных и магнезиально-известковых»; 50 на 10.

Пункт 7.2. Заменить слова: «раствор 100 г/дм³» на «раствор с массовой долей 10 %»; «раствор 200 г/дм³» на «раствор с массовой долей 20 %»; дополнить абзацами (после девятого): «Свинец азотно-кислый по ГОСТ 4236—77.

Индикатор ксиленоловый оранжевый.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора ксиленолового оранжевого растворяют в фарфоровой ступке с 10 г хлористого натрия».

Раздел 7 дополнить пунктом — 7.2.2: «7.2.2. Массовую концентрацию раствора трилона Б по окиси магния допускается устанавливать по азотно-кислотному свинцу.

В коническую колбу вместимостью 300 см³ помещают точную навеску массой 0,2—0,3 г свинца азотно-кислого, добавляют 100 см³ воды, нагретой до температуры 50—60 °С, 10 см³ буферного раствора с pH 4,8—5,0, 0,2 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из малиновой в желтую. Проводят не менее трех титрований.

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

$$C_1 = \frac{m \cdot 40,305}{V_2 \cdot 331,21},$$

где m — масса навески свинца азотно-кислого, г;

40,305 — молекулярная масса окиси магния, г;

V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

331,21 — молекулярная масса азотно-кислого свинца, г.

Пункт 7.4.2 изложить в новой редакции: «7.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси магния приведены в таблице».

Стандарт дополнить разделом — 8:

«8. Комплексонометрический метод определения окиси магния в высокомагнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле окиси магния от 50 до 99 %)

8.1. Определение массовой доли окиси магния проводят по ГОСТ 24523.5—80.

8.2. Допускается применять аликовотную часть раствора, полученного по ГОСТ 2642.3—86 (разд. 3).

8.3. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси магния приведены в таблице».

(ИУС № 5 1992 г.)