

Изменение № 1 ГОСТ 24523.4—80 Периклаз электротехнический. Метод определения окиси кальция

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.10.87 № 4025

Дата введения 01.07.88

Наименование стандарта и вводная часть. Заменить слово: «метод» на «методы», «Method» на «Methods».

Вводная часть. Первый абзац после слова «комплексометрический метод» дополнить словами: «и атомно-абсорбционные методы»;

второй абзац исключить.

Раздел 1. Заменить слово: «методу» на «методам».

Раздел 2. Наименование изложить в новой редакции: «2. Комплексометрический метод».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.1а (перед п. 2.1): «2.1а. Сущность метода заключается в образовании комплекса кальция с трилоном Б и титровании избытка трилона Б раствором хлористого кальция при pH 12,5—12,8 в присутствии смеси индикаторов — флуорексона и тимолфталекона или кислотного хром сине-черного. Алюминий и железо предварительно маскируют триэтанолламином».

Пункт 2.1. Заменить слова: «0,05 н. раствор» на «раствор молярной концентрации эквивалента 0,05 моль/дм³»; «0,05 н.» на «молярной концентрации эквивалента 0,05 моль/дм³»; «1 см³ раствора содержит 0,001402 г окиси кальция» на «Массовая концентрация раствора, вычисленного по окиси кальция, 0,001402 г/см³».

Пункт 4.1. Заменить обозначение и слова X₃ на X₄; «титр раствора хлористого кальция, вычисленный по окиси кальция» на «массовая концентрация раствора хлористого кальция, вычисленная по окиси кальция, г/см³».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать допускаемых величин, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси кальция, %	Абсолютное расхождение, %
От 0,2 до 0,4	0,08
Св. 0,4 > 0,8	0,10
> 0,8 > 1,6	0,12
> 1,6 > 3,0	0,15

Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Атомно-абсорбционный метод

5.1. Сущность метода заключается в измерении поглощения излучения с длиной волны 422,7 нм атомами кальция в пламени ацетилен-закись азота. В качестве спектроскопического буфера используют растворы хлористых солей стронция или лантана.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа используют:

атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для кальция;

баллон с ацетиленом;

баллон с закисью азота;

кальций углекислый по ГОСТ 4530—76;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1:3;

стронций хлористый, 6-водный по ГОСТ 4140—74, раствор 86 г/дм³;

лантана окись по нормативно-технической документации;

раствор хлористого лантана; готовят следующим образом:

(Продолжение см. с. 218)

29,3 г окиси лантана помещают в стакан из термостойкого стекла, смачивают небольшим количеством воды, растворяют в 50 см³ концентрированной соляной кислоты и доводят водой до объема 250 см³;

растворы окиси кальция стандартные;

раствор А: 0,8925 г углекислого кальция, высушенного при температуре 105—110 °С до постоянной массы, растворяют в 40 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г окиси кальция;

раствор Б: 10 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,00005 г окиси кальция.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Для определения окиси кальция используют раствор, полученный по п. 3.1 ГОСТ 24523.1—80 или по п. 3.2 ГОСТ 24523.5—80.

5.3.2. Аликвотную часть анализируемого раствора, в зависимости от массовой доли окиси кальция (табл. 2), переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 2 см³ раствора хлористого стронция или 2,5 см³ раствора хлористого лантана, доводят водой до метки и перемешивают.

Таблица 2

Предполагаемая массовая доля окиси кальция, %	Объем аликвотной части раствора, см ³
От 0,2 до 1,0	20
Св. 0,8 до 3,0	5

5.3.3. Атомное поглощение анализируемого раствора измеряют в верхней части пламени закись азота-ацетилен при длине волны 422,7 нм.

По величине атомного поглощения анализируемого раствора устанавливают массу окиси кальция по градуировочному графику.

5.4. Построение градуировочного графика

5.4.1. Приготовление стандартных градуировочных растворов

В мерные колбы вместимостью 50 см³ отбирают микробюреткой 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 см³ раствора Б, что соответствует: 0; 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030; 0,00035; 0,00040; 0,00045 г окиси кальция.

В каждую колбу приливают 2 см³ раствора хлористого стронция или 2,5 см³ раствора хлористого лантана, доливают водой до метки и перемешивают.

5.4.2. Атомное поглощение стандартных градуировочных растворов дважды измеряют в верхней части пламени закись азота-ацетилен при длине волны 422,7 нм.

По полученным средним значениям атомного поглощения растворов с учетом атомного поглощения контрольного опыта и известным массам окиси кальция строят градуировочный график.

5.5. Обработка результатов

5.5.1. Массовую долю окиси кальция (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1},$$

где m_1 — масса окиси кальция, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см³.

5.5.2. Абсолютные расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать допускаемых величин, указанных в табл. 1»,

(ИУС № 1 1988 г.)