

ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ  
БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕ

## Метод определения оксидов кальция и магния

ГОСТ  
20300.7—90

Baddeleyite-corundum refractories.

Method for determination of calcium oxide and magnesium oxide

МКС 81.080  
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический метод определения оксидов кальция и магния (при массовой доле оксида кальция и магния до 0,5 %) в огнеупорных бадделеито-корундовых изделиях.

Метод основан на титровании трилоном Б ионов кальция при pH 12 и суммы ионов кальция и ионов магния при pH 9—10 с индикатором флуорексоном или кислотным хромтемно-синним.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20300.1.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Чашка платиновая по ГОСТ 6563.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484, раствор с массовой долей 40 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 2 М раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовыми долями 10 и 25 %.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Метиловый красный, спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962\*.

Калия гидроокись по нормативно-технической документации, 5 М раствор.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 10 %.

Хлоридно-аммиачно-щелочной буферный раствор с pH 11—11,5: 20 г хлористого аммония растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды, добавляют 14 г гидроокиси калия, 400 см<sup>3</sup> раствора аммиака с массовой долей 25 % и разбавляют дистиллированной водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Эриохром черный Т. Сухая индикаторная смесь с хлористым калием (1:100).

Малахитовый зеленый, индикатор, спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %.

Флуорексон по нормативно-технической документации.

Тимолфталенин по нормативно-технической документации.

Индикаторная смесь флуорексона с тимолфталенином: 0,2 г флуорексона смешивают с 0,165 г тимолфталенина и 20 г хлористого калия.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 2 %, к которому добавляют аммиак до слабощелочной реакции по метилроту.

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

Уротропин фармакопейный, растворы с массовыми долями 0,5 и 25 %.

Сахар-рафинад по ГОСТ 22, раствор с массовой долей 2 % или сахара.

Натрий гидрат окиси (натрий едкий) по ГОСТ 4328, 2 М раствор.

Аммиачный буферный раствор с pH 10: навеску хлористого аммония массой 54 г растворяют в небольшом количестве воды, добавляют 350 см<sup>3</sup> раствора аммиака с массовой долей 25 % и разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Трилон Б, 0,025 М раствор, готовят и устанавливают коэффициент молярности, как указано в ГОСТ 20300.6, разд. 2.

Бумага конго.

Кислотный хромтемно-синий индикаторный раствор: навеску индикатора массой 0,15 г растворяют в 5 см<sup>3</sup> буферного раствора и добавляют 20 см<sup>3</sup> этилового спирта.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску пробы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой и смешивают с 2,5 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и 7—10 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты. Смесь выпаривают на воздушной бане, нагревая ее до выделения паров серной кислоты. Когда содержимое чашки превратится в сиропообразную массу и будет застывать после снятия с бани, нагревание прекращают. Затем в чашку, до половины ее, наливают горячую воду, добавляют 3 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и, перемешивая стеклянной палочкой, при осторожном нагревании на электрической плитке, частично растворяют осадок от разложения огнеупора. Раствор с остатком переносят в стакан и ополаскивают чашку несколько раз горячей водой. Затем в стакан добавляют воду до 50—75 см<sup>3</sup> и 3—5 капель концентрированной азотной кислоты. Раствор кипятят 2—3 мин, чтобы все сернокислые соли кальция и магния полностью растворились.

Раствор в стакане нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % по бумаге «конго» до начала ее побурения (pH 2—2,5), затем для осаждения гидроксидов прибавляют 30 см<sup>3</sup> раствора уротропина с массовой долей 25 %. Раствор нагревают до 90 °С (кипятить нельзя!) и для полной коагуляции осадка гидроксидов ставят на водяную баню или в теплое место (40—60 °С) на 15—20 мин. Осадок отфильтровывают через фильтр с белой лентой, промывают 10—12 раз теплым раствором уротропина с массовой долей 0,5 % и отбрасывают. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Из раствора отбирают две аликвотные части раствора по 100 см<sup>3</sup> каждая и помещают их в конические колбы для титрования вместимостью 250 см<sup>3</sup>. В одной колбе оттитровывают оксид кальция, а в другой — сумму оксидов кальция и магния.

В первую колбу добавляют 1—2 капли индикатора малахитового зеленого, затем приливают по каплям 5 М раствора КОН до обесцвечивания раствора, после чего прибавляют в избыток 10 см<sup>3</sup>. К полученному раствору добавляют 3—5 мг индикаторной смеси флуорексона с тимолфталенином и титруют из бюретки 0,025 М раствором трилона Б до резкого исчезновения зеленой флуоресценции раствора и перехода его цвета в фиолетовый. Титрование следует проводить на черном фоне. Отмечают объем трилона Б, израсходованный на титрование, в кубических сантиметрах.

Можно титровать также с индикатором кислотным хромтемно-синим. В этом случае к раствору для титрования приливают 2 см<sup>3</sup> раствора сахара, опускают бумагу «конго» и нейтрализуют раствором едкого натра до покраснения бумаги. Затем приливают еще 5 см<sup>3</sup> 2 М раствора едкого натра и через 1—2 мин прибавляют 10 капель раствора кислотного хромтемно-синего и титруют 0,025 М раствором трилона Б до перехода окраски от малиновой в неизменяющуюся синюю. Отмечают объем трилона Б, израсходованный на титрование оксида кальция, в кубических сантиметрах.

Во вторую колбу для титрования прибавляют 0,5—1 см<sup>3</sup> раствора солянокислого гидроксилamina, 5—8 см<sup>3</sup> хлоридно-аммиачно-щелочного буферного раствора и титруют из бюретки 0,025 М раствором трилона Б и с индикатором эриохромом черным Т до перехода окраски от малиновой в неизменяющуюся сине-зеленую. Можно титровать также с индикатором кислотным хромтемно-синим.

Отмечают объем трилона Б, израсходованный на титрование суммы оксидов кальция и магния в кубических сантиметрах.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю оксида кальция ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot K \cdot 0,0014 - V \cdot 100}{V_2 \cdot m},$$

где  $V_1$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование оксида кальция, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент молярности раствора трилона Б;

0,0014 — масса оксида кальция, необходимая для связывания 1 см<sup>3</sup> точно 0,025 М раствора трилона Б, г;

$V$  — общий объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

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

$m$  — масса навески огнеупора, г.

4.2. Массовую долю оксида магния ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_3 - V_1) \cdot K \cdot 0,001008 - V \cdot 100}{V_2 \cdot m},$$

где  $V_3$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы оксидов кальция и магния, см<sup>3</sup>;

0,001008 — объем оксида магния, необходимый для связывания 1 см<sup>3</sup> точно 0,025 М раствора трилона Б, см<sup>3</sup>.

4.3. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,10 %. Оценка границ случайной составляющей результата анализа составляет  $\pm 0,05$  %.

4.4. Допускается определять содержание оксида кальция обратным титрованием по ГОСТ 13997.8.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственной ассоциацией промышленности строительных материалов

## РАЗРАБОТЧИКИ

Е.В. Соболев, канд. техн. наук; В.Е. Голубев, канд. техн. наук; Р.П. Борисова; Е.А. Диденко

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 15.03.90 № 434

3. ВЗАМЕН ГОСТ 20300.7—74

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 22—94	2	ГОСТ 5962—67	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 6563—75	2
ГОСТ 3760—79	2	ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 3773—72	2	ГОСТ 13997.8—84	4.4
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 20300.1—90	1
ГОСТ 4234—77	2	ГОСТ 20300.3—90	2
ГОСТ 4328—77	2	ГОСТ 20300.6—90	2
ГОСТ 4461—77	2	ГОСТ 22867—77	2
ГОСТ 5456—79	2		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

## 6. ПЕРЕИЗДАНИЕ