



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

ПЕСКИ ФОРМОВОЧНЫЕ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА КАЛЬЦИЯ

ГОСТ 29234.8—91

Издание официальное

12 р. 30 к. БЗ 4—92/376

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

ПЕСКИ ФОРМОВОЧНЫЕ

Метод определения оксида кальция

Moulding sands Method for determination
of calcium oxide**ГОСТ****29234.8—91**

ОКСТУ 4191

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт распространяется на формовочные пески на основе кварца, применяемые в литейном производстве в качестве формовочного материала при изготовлении литейных форм и стержней, и устанавливает комплексонометрический метод определения оксида кальция.

Метод основан на прямом комплексонометрическом титровании ионов кальция раствором трилона Б с использованием в качестве индикатора кислотного хромтемно-синего или смеси флуорексона с тимолфталейном.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу испытания — по ГОСТ 29234.0.

2. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

2.1. Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 1000—1100°C.

Чашки платиновые № 118—3 по ГОСТ 6563.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:5.

Уротропин по ГОСТ 1381, растворы 200 и 10 г/дм³.

Калий пироксернокислый по ГОСТ 7172.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор 300 г/дм³ — хранят в полиэтиленовом сосуде.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Триэтаноламин, разбавленный 1 : 3, способ очистки по ГОСТ 24523.4.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Индикатор малахитовый зеленый, спиртовой раствор 2 г/дм³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773 и раствор 250 г/дм³.

Индикаторная бумага конго.

Соль динатриевая этилендиамина — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, растворы молярной концентрации эквивалента 0,025 моль/дм³.

Индикатор флуорексон.

Индикатор тимолфталейн.

Индикаторная смесь: 0,1 г флуорексона и 0,1 тимолфталейна растирают в фарфоровой ступке с 20 г хлористого калия.

Индикатор кислотный хромтемно-синий.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора кислотного хромтемно-синего растирают в фарфоровой ступке с 10 г хлористого калия.

Калий углекислый по ГОСТ 4530, раствор 0,05 моль/дм³.

Стандартный раствор оксида кальция: 5,00044 г углекислого кальция, высушенного при температуре $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ до постоянной массы, осторожно растворяют в стакане в 30 см³ соляной кислоты (1 : 1).

Углекислый газ удаляют кипячением. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой, перемешивают (раствор А).

Концентрацию стандартного раствора А оксида кальция (с) в г/см³ оксида кальция вычисляют по формуле

$$c = \frac{56,08 \cdot 0,05}{1000},$$

где 56,08 — молекулярная масса окиси кальция, г;

0,05 — молярность стандартного раствора оксида кальция.

2.2. Установка концентрации раствора трилона Б по оксиду кальция.

В коническую колбу вместимостью 300 см³ отмеряют пипеткой 10 см³ стандартного раствора А оксида кальция, прибавляют 100 см³ воды, 1—2 капли раствора индикатора малахитового зеленого, нейтрализуют раствором гидроксида калия до обеспечения раствора, затем добавляют в избыток 20 см³ этого раствора для установления рН 12—13.

Добавляют 0,1—0,15 г индикаторной смеси кислотного хромтемно-синего и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из сиреневой в синюю. В случае использования индикаторной смеси флуорексон с тимолфталейном титруют до перехода флуоресцирующей зеленой окраски в фиолетовую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (c_1) в г/см³ оксида кальция вычисляют по формуле

$$c_1 = \frac{10 \cdot c}{V},$$

где c — массовая концентрация стандартного раствора, г/см³ оксида кальция;

10 — объем стандартного раствора оксида кальция, см³;

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску материала массой 0,5 г в платиновой чашке помещают в муфельную печь, выдерживают 10—15 мин при температуре 1000°C и охлаждают. Затем смачивают водой, приливают 10—15 см³ фтористоводородной кислоты и 5 см³ серной кислоты, выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты и охлаждают.

Если материал полностью не разложился, еще приливают 10—15 см³ фтористоводородной кислоты и повторно выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты, охлаждают. Сухой остаток в чашке сплавляют с 2—3 г пиросульфата калия. Плав растворяют в соляной кислоте (1:5) при нагревании, переносят в стакан вместимостью 250 см³ и упаривают до объема 100 см³. Затем добавляют 1,0 г хлористого аммония, нейтрализуют аммиаком до перехода окраски бумаги конго в сиреневый цвет (рН 1—2), приливают 15—20 см³ раствора уротропина 200 г/дм³ и выдерживают в течение 10 мин на электроплитке при температуре не выше 70°C. Осадку дают отстояться и фильтруют горячим через фильтр «красная лента» в мерную колбу вместимостью 250 см³, промывают осадок 5—7 раз горячим раствором уротропина 10 г/дм³ и доливают водой до метки. Полученный раствор используют для определения оксида кальция и магния.

3.2. Для определения массовой доли оксида кальция в стакан вместимостью 250 см³ помещают аликвоту 100 см³, доливают водой до объема 150 см³, прибавляют 1—2 капли раствора малахитового зеленого, раствора гидроксида калия до обеспечения и еще избыток 8—10 см³ (рН раствора 12,0—13,0), затем добавляют 0,1—0,15 г индикаторной смеси кислотного хромтемносинего и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из сиреневой в синюю. В случае использования индикаторной смеси флуорексона с тимолфталейном титруют до перехода флуоресцирующей зеленой окраски раствора в фиолетовую.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{V_1 \cdot c_1 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot V_2 \cdot 2},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

c_1 — концентрация раствора трилона Б, г/см³ оксида кальция;

250 — объем исходного раствора, см³;

m — масса навески, г;

V_2 — объем аликвоты раствора, см³.

4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,3% при содержании оксида кальция до 2% и 0,5% — при содержании оксида кальция более 2%. Если расхождение превышает указанные значения, испытание повторяют еще один раз.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН ТК 252 «Литейное производство»

РАЗРАБОТЧИКИ

Н. Н. Кузьмин, И. А. Титова, Э. Л. Отрошенко (руководитель темы), Т. М. Мореева, Н. А. Рыкова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 28.12.91 № 2262

3. Срок первой проверки — 1998 г.
Периодичность проверки — 5 лет

4. ВВЕДЕН ВЗАМЕН ГОСТ 23409.1—78 в части формовочных песков и определения кальция

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1381—73	2 1
ГОСТ 3118—77	2 1
ГОСТ 3760—79	2 1
ГОСТ 3773—72	2 1
ГОСТ 4204—77	2 1
ГОСТ 4234—77	2 1
ГОСТ 4530—76	2 1
ГОСТ 6563—75	2 1
ГОСТ 7172—76	2 1
ГОСТ 10484—78	2 1
ГОСТ 10652—73	2 1
ГОСТ 18300—87	2 1
ГОСТ 24363—80	2 1
ГОСТ 24523 4—80	2 1
ГОСТ 29234 0—91	1 1

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *И. Л. Асауленко*

Сдано в наб 17.03.92 Подп. к печ. 20.07.92 Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,31.
Тираж 714 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1087