

**МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ
ОГНЕУПОРНЫЕ ЦИРКОНИЙСОДЕРЖАЩИЕ**

Методы определения окиси кальция

**ГОСТ
13997.8—84**

Zirconium containing refractory materials and products.
Methods for determination of calcium oxide

МКС 81.080
ОКСТУ 1509

Дата введения 01.07.85

Настоящий стандарт устанавливает методы определения окиси кальция в материалах и изделиях огнеупорных цирконийсодержащих: комплексометрический метод с использованием смеси индикаторов флуорексона и тимолфталейна (при массовой доле окиси кальция от 0,2 до 10 %); атомно-абсорбционный метод определения окиси кальция (при массовой доле окиси кальция от 0,1 до 10 %); комплексометрический метод определения окиси кальция со смесью индикаторов флуорексона и тимолфталейна или с индикатором флуорексоном в огнеупорных материалах и изделиях с массовой долей двуокиси циркония до 65 %, кроме бадделеитовых (при массовой доле окиси кальция до 1 % и свыше 2 %); комплексометрический метод с использованием индикатора кислотного хромтемно-синего (при массовой доле окиси кальция от 3 до 35 %).

Стандарт соответствует СТ СЭВ 4431—83 в части определения окиси кальция комплексометрическим методом при анализе огнеупорных материалов и изделий с массовой долей двуокиси циркония до 65 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13997.0.

2. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на прямом комплексометрическом титровании кальция со смесью индикаторов флуорексона и тимолфталейна при рН 12—13 в растворе после отделения циркония (гафния), титана, алюминия и железа уротропином.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 25 %; хранить в полиэтиленовом сосуде.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Смесь индикаторная: 0,5 г флуорексона и 0,5 г тимолфталейна растирают со 100 г хлористого калия в фарфоровой ступке.

Индикатор малахитовый зеленый, спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Бумага индикаторная конго.

Триэтаноламин (2,2, 2''-нитрилтриэтанол) по действующей нормативно-технической документации, разбавленный 1:3, или натрия сульфид по ГОСТ 2053, раствор с массовой долей 10 %.

Неочищенный триэтаноламин, имеющий бурую окраску, очищают следующим образом: 100 см³ триэтанолamina 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 триэтанолamina отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 2—3 раза спиртом и высушивают на воздухе. Применяют солянокислый триэтанолamin, раствор с массовой долей 25 %.

Калий пироксернокислый по ГОСТ 7172.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 %.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Уротропин фармакопейный, растворы с массовой долей 30 и 1 %.

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

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, х. ч.

Стандартный раствор хлористого кальция с молярной концентрацией 0,025 моль/дм³: навеску массой 2,5022 г углекислого кальция, высушенного при 300 °С до постоянной массы, растворяют в стакане вместимостью 300—400 см³ в 15 см³ раствора соляной кислоты (1:1). Углекислый газ удаляют кипячением. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора хлористого кальция в г/см³ окиси кальция (С) вычисляют по формуле

$$C = \frac{2,5022 \cdot 0,5604}{1000},$$

где 2,5022 — масса навески углекислого кальция, г;

0,5604 — коэффициент пересчета с углекислого кальция на окись кальция.

Стандартный раствор хлористого кальция с массовой концентрацией окиси кальция 0,001402 г/см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси кальция

В коническую колбу вместимостью 250—300 см³ отмеряют пипеткой 20 см³ стандартного раствора хлористого кальция, добавляют 1—2 капли раствора индикатора малахитового зеленого, приливают раствор гидроокиси калия с массовой долей 25 % до обесцвечивания раствора и 5 см³ в избыток до установления рН 13.

Добавляют около 0,1 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до перехода флуоресцирующей зеленой окраски в фиолетовую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (С₁), выраженную в г/см³ окиси кальция, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{20 \cdot C}{V},$$

где 20 — объем стандартного раствора окиси кальция, см³;

С — массовая концентрация стандартного раствора хлористого кальция, выраженная в г/см³ окиси кальция;

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

2.3. Проведение анализа

2.3.1. В стакан вместимостью 250—300 см³ отбирают пипеткой аликвотную часть 50 см³ раствора 1, полученного по ГОСТ 13997.3 (или сплавляют навеску массой 0,2 г), добавляют 2 г хлористого аммония, нейтрализуют раствором аммиака до сиреневого цвета бумаги конго, приливают 20 см³ раствора уротропина с массовой долей 30 % и оставляют на 10 мин на закрытой электроплитке при температуре не выше 80 °С.

Фильтруют через фильтр диаметром 11 см «красная лента», собирая фильтрат в коническую колбу вместимостью 300—500 см³. Осадок промывают 5—7 раз подогретым до 50 °С раствором уротропина с массовой долей 1 %.

Полученный фильтрат разбавляют водой до объема примерно 150 см³, добавляют 5 см³ раствора триэтанолamina, 1—2 капли раствора индикатора малахитового зеленого. Приливают при помешивании раствор гидроокиси калия с массовой долей 25 % до обесцвечивания раствора и 5—10 см³ в избыток, добавляют около 0,1 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до перехода флуоресцирующей зеленой окраски в фиолетовую.

С. 3 ГОСТ 13997.8—84

Для улучшения перехода цвета индикатора к раствору добавляют несколько капель триэтаноламина или раствора сернистого натрия с массовой долей 20 %.

Титрование можно проводить в присутствии индикатора флуорексона.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю окиси кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot C_1 \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_3},$$

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

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

V_2 — объем исходного раствора анализируемого материала, см³;

m — масса навески, г;

V_3 — аликвотная часть раствора, см³.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерений массовой доли окиси кальция приведены в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Массовая доля окиси кальция, %	Δ , %	Допускаемое расхождение, %		
		d_k	d_2	δ
От 0,1 до 0,2 включ.	0,04	0,05	0,04	0,03
Св. 0,2 » 0,5 »	0,07	0,08	0,07	0,04
» 0,5 » 1,0 »	0,09	0,12	0,10	0,06
» 1,0 » 2 »	0,13	0,17	0,14	0,09
» 2 » 5 »	0,2	0,3	0,2	0,1
» 5 » 10 »	0,3	0,4	0,3	0,2
» 10 » 20 »	0,4	0,5	0,4	0,3
» 20 » 35 »	0,7	0,8	0,7	0,4

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на сплавлении пробы анализируемого материала с калием пироксернокислым или со смесью для сплавления и растворении сплава в соляной кислоте. Абсорбцию раствора измеряют в присутствии лантана в пламени воздух—ацетилен, а при малых содержаниях окиси кальция — в пламени закись азота — ацетилен при длине волны 422,7 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр типа Сатурн или другие, обеспечивающие требуемую точность измерения.

Лампа с полным катодом для определения кальция.

Баллон с ацетиленом.

Баллон с закисью азота (медицинский).

Компрессор, обеспечивающий подачу сжатого воздуха, типа СО 45-А.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:4 и раствор с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм³.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, х. ч. или ос. ч.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоживают по ГОСТ 13997.3.

Калий углекислый по ГОСТ 4221.

Смесь для сплавления, состоящая из безводных натрия углекислого и тетраборнокислого и углекислого калия в соотношении 1:1:1.

Смесь для сплавления, состоящая из безводных натрия углекислого и тетраборнокислого в соотношении 2:1.

Стандартный раствор окиси кальция с массовой концентрацией окиси кальция $0,001 \text{ г/см}^3$: $1,7852 \text{ г}$ углекислого кальция, предварительно высушенного при температуре $(105 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 1 ч , помещают в стакан вместимостью $350\text{—}400 \text{ см}^3$, приливают 100 см^3 воды, затем по каплям раствор соляной кислоты (1:1), нагревают до полного растворения. Раствор кипятят в течение $3\text{—}4 \text{ мин}$, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 , доливают водой до метки, перемешивают (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор; аликвотную часть стандартного раствора А 10 см^3 переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 200 см^3 , доводят до метки водой и перемешивают.

Градуировочный стандартный раствор кальция с массовой концентрацией кальция $0,000050 \text{ г/см}^3$ (раствор Б).

Циркония хлорокись, х. ч.

Стандартный раствор двуокиси циркония: навеску хлорокиси циркония $13\text{—}14 \text{ г}$ растворяют в $50\text{—}60 \text{ см}^3$ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм^3 в стакане вместимостью 200 см^3 . Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 , доливают этим же раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

Стандартный раствор соли циркония с массовой концентрацией двуокиси циркония около $0,005 \text{ г/см}^3$.

Лантана окись: $29,25 \text{ г}$ окиси лантана смачивают 30 см^3 воды, добавляют концентрированную соляную кислоту по 25 см^3 (всего 50 см^3), после растворения навески полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 , доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор хлористого лантана с массовой концентрацией лантана $0,1 \text{ г/см}^3$.

Калий пироксерноокислый по ГОСТ 7172.

Раствор фона (I): $2\text{—}3 \text{ г}$ пироксерноокислого калия растворяют в 50 см^3 раствора соляной кислоты (1:4), раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 , доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор фона (II): $4\text{—}5 \text{ г}$ смеси для сплавления (2:1 или 1:1:1) растворяют в 60 см^3 соляной кислоты (1:4) при нагревании, после охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 , доводят до метки водой и перемешивают.

Остальные реактивы и растворы по п. 2.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску материала массой $0,5 \text{ г}$ (при массовой доле двуокиси циркония более 65%) смешивают с $5\text{—}6 \text{ г}$ пироксерноокислого калия и сплавляют в муфельной печи при температуре $800\text{—}850 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение $20\text{—}25 \text{ мин}$.

Навеску материала массой $0,25 \text{ г}$ (при массовой доле двуокиси циркония менее 65%) смешивают с $4\text{—}5 \text{ г}$ смеси для сплавления (2:1) или (1:1:1) и сплавляют в муфельной печи при температуре $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение $40\text{—}45 \text{ мин}$.

Остывший сплав растворяют в стакане вместимостью $300\text{—}400 \text{ см}^3$ в $50\text{—}60 \text{ см}^3$ соляной кислоты (1:4) при нагревании, обмывают тигель горячей водой. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 , доводят до метки водой и перемешивают (раствор 1).

Для определения окиси кальция отбирают в мерные колбы вместимостью 100 см^3 аликвотные части раствора в зависимости от массовой доли окиси кальция, как указано в табл. 2, приливают по 10 см^3 раствора лантана, доводят до метки водой и перемешивают. Измеряют абсорбцию кальция на спектрофотометре при длине волны $422,7 \text{ нм}$.

Таблица 2

Массовая доля окиси кальция, %	Аликвотная часть исходного раствора, см^3
От 0,2 до 1,0	25
Св. 1,0 » 5,0	10—20
» 5,0 » 10,0	2—5

Допускается использование аликвотной части раствора 1 или 2 по ГОСТ 13997.4, разд. 2. Массу кальция в граммах определяют по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают по 10 см³ раствора лантана, 25 см³ соответствующего раствора фона и по 10 см³ стандартного раствора циркония. Затем прибавляют соответственно 0,5; 1,5; 2,5; 3,5; 4,5; 6,0; 8,0; 10,0 см³ градуировочного стандартного раствора кальция (раствор Б). Колбы доводят до метки водой и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию кальция, как указано в п. 3.3.1. По найденным значениям абсорбции и соответствующим им массам кальция в граммах строят градуировочный график. Градуировочный график строят один раз в смену при проведении партии анализов, используя ранее приготовленные стандартные растворы кальция.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю окиси кальция (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

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

m — масса навески, содержащаяся в 100 см³ конечного раствора, г.

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля измерений массовой доли окиси кальция приведены в табл. 1.

3.4.1, 3.4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ

(в огнеупорных материалах и изделиях с массовой долей двуокиси циркония до 65 %, кроме бадделитовых)

4.1. Сущность метода

Метод основан на сплавлении пробы со смесью углекислого натрия и тетраборнокислого натрия, выщелачивании сплава, осаждении гидроокисей циркония, алюминия, железа и титана раствором гексаметилентетрамина и прямом комплексонометрическом титровании кальция при рН 12—13 в присутствии индикатора флуорексона или смеси флуорексона с тимолфталеином.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная с нагревом до 1000—1100 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563, № 100—9 или 100—10.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый безводный: натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоживают по ГОСТ 13997.3.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:9.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 (d 0,91 г/см³) и разбавленный 1:1.

Гексаметилентетрамин (уротропин) и раствор с массовой долей 30 %.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 20 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Индикатор малахитовый зеленый, спиртовой раствор с массовой долей 0,5 %.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Индикатор флуорексон: смесь с хлористым калием в соотношении 1:100 или смесь флуорексона с тимолфталеином и хлористым калием в соотношении 1:1:100.

Индикатор тимолфталексон.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Стандартный раствор хлористого кальция 0,025 моль/дм³: 2,5023 г углекислого кальция, предварительно высушенного при температуре (110±5) °С до постоянной массы, растворяют в стакане вместимостью 400 см³ в минимальном объеме раствора соляной кислоты (1:1) (приблизительно от 30 до 50 см³). Углекислый газ удаляют кипячением. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора хлористого кальция в г/см³ окиси кальция (С) вычисляют по формуле

$$C = \frac{2,5022 \cdot 0,5604}{1000},$$

где 2,5022 — масса навески углекислого кальция, г;

0,5604 — коэффициент пересчета с углекислого кальция на окись кальция.

Стандартный раствор хлористого кальция с массовой концентрацией окиси кальция 0,001402 г/см³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации эквивалента трилона Б 0,025 моль/дм³: 9,3057 г трилона Б растворяют в воде, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в сосуде из пластмассы.

4.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси кальция

В коническую колбу вместимостью 500 см³ отбирают бюреткой 20 см³ стандартного раствора хлористого кальция, разбавляют водой примерно до 200 см³, добавляют несколько капель раствора индикатора малахитового зеленого и затем приливают при перемешивании раствор гидроксида калия до обесцвечивания раствора и еще 20 см³ в избыток для установления рН 12—13.

В раствор добавляют 0,1—0,15 г сухой индикаторной смеси флуорексона с хлористым калием или смеси флуорексона с тимолфталеконом и хлористым калием и титруют раствором трилона Б до перехода желто-зеленой флуоресцирующей окраски в красную. Рекомендуется вести титрование на черном фоне для получения более резкого изменения окраски в точке эквивалентности.

Массовую концентрацию трилона Б (С₁), выраженную в г/см³ окиси кальция, вычисляют по формуле

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

где V — объем стандартного раствора хлористого кальция, см³;

C — массовая концентрация стандартного раствора хлористого кальция, выраженная в г/см³ окиси кальция;

V₁ — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

Теоретическая массовая концентрация раствора трилона Б 0,025 моль/дм³, выраженная в г/см³ окиси кальция, равна 0,001402.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску материала массой 1,0 г смешивают в платиновом тигле с 10—12 г смеси для сплавления. Сплавление проводят в течение 1 ч при (1100±50) °С до получения прозрачного расплава.

Тигель охлаждают, переносят в стакан и выщелачивают сплав водой при нагревании. Осадок, содержащий гидроксида циркония (гафния), алюминия, железа, титана, а также основные соли кальция и магния, отфильтровывают, осадок на фильтре промывают несколько раз горячей водой и растворяют раствором соляной кислоты (1:1), помещая раствор в стакан, в котором велось выщелачивание. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, нейтрализуют раствором гидроксида калия до появления осадка, который растворяют несколькими каплями раствора соляной кислоты (1:1). Приливают раствор гексаметилентетрамина до полного выделения осадка гидроокисей и еще 15—20 см³ в избыток.

Содержимое мерной колбы нагревают до температуры не выше 70 °С в течение 10—15 мин. Затем колбу охлаждают, доливают до метки водой, перемешивают и дают время на отстаивание осадка. Отфильтровывают через сухой фильтр «белая лента» в сухой стакан, отбрасывая первую порцию фильтрата 20 см³, а остальной фильтрат используют для определения окиси кальция и суммы окисей кальция и магния (фильтрат 1).

4.3.2. 100 см³ фильтрата 1 переносят в коническую колбу вместимостью 500 см³ и разбавляют водой до 200 см³. Затем добавляют несколько капель раствора малахитового зеленого и приливают раствор гидроксида калия до обесцвечивания раствора и 20 см³ в избыток для установления рН 12—13.

В раствор добавляют 0,1—0,15 г сухой индикаторной смеси флуорексона с хлористым калием или смеси флуорексона с тимолфталеконом и хлористым калием, раствор титруют на черном фоне раствором трилона Б до изменения желто-зеленой флуоресцирующей окраски в розовую.

4.3.3. Для определения массовой доли окиси кальция допускается использовать также аликвотную часть раствора после выделения двуокиси кремния по ГОСТ 13997.3, раствор 1.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю окиси кальция (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_2 \cdot C_1 \cdot V_3 \cdot 100}{m \cdot V_4},$$

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

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

V_3 — общий объем исходного раствора, см³;

V_4 — объем аликвотной части исходного раствора, см³;

m — масса навески, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Т а б л и ц а 3

Массовая доля окиси кальция, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 1,0 включ.	0,08
Св. 1,0 » 2,0 »	0,10
» 2,0	0,2

5. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ

5.1. Сущность метода

Метод основан на прямом комплексонометрическом титровании в присутствии индикатора кислотного хромтемно-синего. Навеску материала разлагают сплавлением с калием пироксернокислым или смесью для сплавления.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Тигли платиновые по ГОСТ 6563, № 100—9.

Печь муфельная с нагревом 850 и 1000 °С.

Калий пироксернокислый по ГОСТ 7172.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:3.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20 %.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный, обезвоживают по ГОСТ 13997.3.

Калий углекислый по ГОСТ 4221.

Смесь для сплавления: безводные углекислый и тетраборнокислый натрий, углекислый калий смешивают в соотношении 1:1:1.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор с массовой долей 20 %.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 %.

Уротропин фармакопейный, раствор с массовой долей 30 %.

Индикатор кислотный хромтемно-синий, свежеприготовленный раствор с массовой долей 0,5 %, готовят следующим образом: 0,5 г индикатора растворяют в 20 см³ аммиачного буферного раствора и доводят до 100 см³ этиловым спиртом.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Аммиачный буферный раствор для приготовления индикатора, готовят следующим образом: 8,25 г хлористого аммония смешивают с 113 см³ аммиака и разбавляют до 1000 см³ водой.

Индикаторная смесь сухая, готовят следующим образом: 1 г кислотного хромтемно-синего растирают в фарфоровой ступке со 100 г хлористого калия.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Стандартный раствор хлористого кальция и остальные реактивы и растворы по п. 2.2.

Установку массовой концентрации раствора трилона Б по окиси кальция проводят по п. 2.2.1,

используя индикатор кислотный хромтемно-синий в виде раствора или сухой смеси до изменения окраски раствора из сиреневой в синюю.

5.3. Проведение анализа

Навеску материала массой 0,5 г (при массовой доле окиси кальция до 10 %) сплавляют с 6—7 г пиросульфата калия в электрической муфельной печи при температуре 800—850 °С и навеску массой 0,2 г (при массовой доле окиси кальция от 10 до 35 %) сплавляют со смесью для сплавления в муфельной печи при температуре 950—1000 °С до получения прозрачного расплава. Остывший сплав растворяют в 60 см³ соляной кислоты (1:3), предварительно нагретой до 80—100 °С. Если анализируют окись циркония, стабилизированную окисью магния, приливают 20 см³ раствора хлористого аммония.

После охлаждения раствор нейтрализуют аммиаком до появления устойчивой мути, приливают 30 см³ раствора уротропина и нагревают 10—15 мин на закрытой электроплитке (не выше 80 °С).

Допускается отделение циркония, титана, алюминия и железа аммиаком до красного цвета бумаги «конго» от одной капли. Раствор с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Затем раствор фильтруют через сухой фильтр диаметром 11 см «белая лента».

Отбросив первые две порции фильтрата, отбирают аликвотную часть раствора, равную 50 см³ при массовой доле СаО до 10 % и 100 см³ при массовой доле СаО от 10 до 35 %, в коническую колбу вместимостью 250—500 см³.

К отобранному раствору прибавляют 50 см³ воды, 15 см³ раствора гидроокиси натрия, 10 капель раствора кислотного хромтемно-синего или 0,10—0,15 г сухой индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до перехода цвета раствора из сиреневого цвета в синий.

Титрование можно проводить с использованием смеси индикаторов флуорексона и тимолфта-леина по п. 2.3.1.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Обработка результатов — по п. 2.4.1.

5.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерений массовой доли окиси кальция приведены в табл. 1.

Разд. 5. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Л.А. Коробка, Г.И. Дмитренко, Л.А. Павлова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.09.84 № 3243

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13997.8—78

4. Стандарт соответствует СТ СЭВ 4431—83

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	3.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 4328—77	5.2
ГОСТ 2053—77	2.2	ГОСТ 4530—76	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 6563—75	4.2, 5.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 7172—76	2.2, 3.2, 5.2
ГОСТ 3773—72	2.2, 5.2	ГОСТ 10652—73	2.2, 4.2
ГОСТ 4199—76	3.2, 4.2	ГОСТ 13997.0—84	1.1
ГОСТ 4204—77	5.2	ГОСТ 13997.3—84	2.3.1, 3.2, 4.2, 4.3.3, 5.2
ГОСТ 4221—76	3.2, 5.2	ГОСТ 13997.4—84	3.3.1
ГОСТ 4233—77	5.2	ГОСТ 18300—87	2.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 4234—77	2.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 24363—80	2.2, 4.2

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

7. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в ноябре 1989 г. (ИУС 2—90)