

ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения окиси магния

ГОСТ
24523.5—80Electrotechnical periclase. Method for the determination
of magnesium oxideМКС 81.080
ОКСТУ 1509

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт распространяется на электротехнический периклаз и устанавливает объемный комплексонометрический метод определения массовых долей окиси магния в диапазоне от 93 до 100 %.

Сущность метода заключается в титровании суммы магния и кальция трилоном Б при pH 10 в присутствии индикаторов кислотного хрома темно-синего, тимолфталексона или метилтимолового синего. Алюминий и железо предварительно маскируют триэтаноламином.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 24523.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа используют:

ступки и пестики фарфоровые № 5 или 7 по ГОСТ 9147;

плитку электрическую с закрытой спиралью;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:3;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;

триэтаноламин (2, 2', 2''-нитрилотриэтанол) по нормативно-технической документации, разбавленный 1:3. Неочищенный триэтаноламин, имеющий бурю 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 25%-ный раствор (по массе) солянокислого триэтанолamina;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773 и 20%-ный раствор (по массе);

аммиак водный по ГОСТ 3760;

аммиачный буферный раствор с pH 10; готовят следующим образом: 67,5 г хлористого аммония растворяют в 300—400 см³ воды, приливают 570 см³ аммиака, разбавляют водой до объема 1000 см³ и перемешивают;

кислотный хром темно-синий по нормативно-технической документации, 0,5%-ный раствор (по массе); готовят следующим образом: к 1 см³ 20%-ного раствора (по массе) хлористого аммония прибавляют 1 см³ водного аммиака и 8 см³ воды. В полученной смеси растворяют 0,5 г кислотного хрома темно-синего, доводят этиловым спиртом до 100 см³ и перемешивают;

калий хлористый по ГОСТ 4234;

тимолфталексон или метилтимоловый синий по нормативно-технической документации;

смесь индикаторную; готовят следующим образом: 0,05 г тимолфталексона или метилтимолового синего и 50 г хлористого калия тщательно растирают в фарфоровой ступке;

раствор сернистого магния стандартной концентрации эквивалента сернистого магния 0,1 моль/дм³, приготовленный из фиксанала сернистого магния, по нормативно-технической документации. 1 см³ раствора содержит 0,002016 г окиси магния;

соль динатриевую этилендиамина-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,075 моль/дм³; готовят следующим образом: 14 г трилона Б растворяют в 200 см³ воды, разбавляют водой до объема 1000 см³ и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250—300 см³ переносят 25 см³ стандартного раствора сернистого магния, прибавляют 70—80 см³ воды, 2 см³ триэтанолamina и перемешивают. Вводят 15 см³ буферного раствора, 5—7 капель раствора индикатора кислотного хрома темно-синего и титруют трилоном Б до изменения окраски из розовой в синюю или прибавляют 0,3—0,4 г индикаторной смеси тимолфталексона или метилтимолового синего с хлористым калием и титруют трилоном Б до изменения окраски из ярко-голубой в бесцветную. В конечной точке титрования раствор может иметь неизменяющийся слабо-голубоватый цвет.

Массовую концентрацию раствора трилона Б по окиси магния (T) рассчитывают по формуле

$$T = \frac{0,002016 \cdot V}{V_1},$$

где 0,002016 — массовая концентрация стандартного раствора сернистого магния, вычисленная по окиси магния, г/см³;

V — объем стандартного раствора сернистого магния, взятый для установки массовой концентрации, см³;

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. От анализируемого раствора, полученного по разд. 3 ГОСТ 24523.1, отбирают аликвотную часть объемом 25 см³.

3.2. Допускается готовить анализируемый раствор без сплавления навески. Для этого навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, и нагревают в течение 6—15 мин при периодическом перемешивании до растворения навески. Допускается присутствие нерастворимого остатка. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки, перемешивают и фильтруют в сухую колбу через сухой фильтр средней плотности, отбрасывая первую порцию фильтрата.

3.3. От анализируемого раствора, полученного по п. 3.2, отбирают аликвотную часть объемом 25 см³.

3.4. Аликвотную часть анализируемого раствора переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 70—80 см³ воды, 2 см³ триэтанолamina, тщательно перемешивают и добавляют 15 см³ аммиачного буферного раствора. Вводят 5—7 капель раствора индикатора кислотного хрома темно-синего и титруют трилоном Б до изменения окраски из розовой в синюю или прибавляют 0,3—0,4 г индикаторной смеси тимолфталексона или метилтимолового синего с хлористым калием и титруют трилоном Б до изменения окраски из ярко-голубой в бесцветную. В конечной точке титрования раствор может иметь неизменяющийся слабо-голубоватый цвет.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси магния (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{V_1 \cdot T \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_2} - 0,719 \cdot X_4(X_5),$$

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

T — массовая концентрация раствора трилона Б, вычисленная по окиси магния, г/см³;

V — общий объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески, г;

V_2 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см³;

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

$X_4(X_5)$ — массовая доля окиси кальция, найденная по ГОСТ 24523.4, %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. Нормы контроля точности определения массовой доли окиси магния приведены в табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля окиси магния, % | Δ , % | Допускаемое расхождение, % | | |
|-------------------------------|--------------|----------------------------|-------|----------|
| | | d_2 | d_k | δ |
| От 93 до 100 | 0,5 | 0,5 | 0,6 | 0,3 |

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.С. Турчанинов, канд. техн. наук А.И. Узберг, Г.Г. Лопачак, А.С. Бородачев, Н.А. Бобылева,
канд. техн. наук И.М. Лоскутова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.12.80 № 6285

Изменение № 3 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 11 от 25.04.97)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2508

За принятие изменения проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|----------------------------|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Беларуси |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизская Республика | Киргизстандарт |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикгосстандарт |
| Туркменистан | Главная государственная инспекция Туркменистана |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|--------------|
| ГОСТ 3118—77 | 2.1 |
| ГОСТ 3760—79 | 2.1 |
| ГОСТ 3773—72 | 2.1 |
| ГОСТ 4234—77 | 2.1 |
| ГОСТ 9147—80 | 2.1 |
| ГОСТ 10652—73 | 2.1 |
| ГОСТ 18300—87 | 2.1 |
| ГОСТ 24523.0—80 | 1.1 |
| ГОСТ 24523.1—80 | 3.1 |
| ГОСТ 24523.4—80 | 4.1 |

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

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в сентябре 1984 г., октябре 1987 г., сентябре 1997 г. (ИУС 12—84, 1—88, 12—97)