
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
56250—
2014

Стекловолокно
ВОЛОКНО КРЕМНЕЗЕМНОЕ
Методы определения химического состава

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

- 1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «НПО Стеклопластик» совместно с Объединением юридических лиц «Союз производителей композитов»
- 2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 063 «Стеклопластики, стекловолокна и изделия из них»
- 3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 ноября 2014 г. № 1785-ст
- 4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартиформ, 2015

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Стекловолокно

ВОЛОКНО КРЕМНЕЗЕМНОЕ

Методы определения химического состава

Glassfiber. Silicafiber. Methods for determination of chemical composition

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на стекловолокнистые материалы кремнеземного состава: кремнеземное волокно, нити, ленты, ровинги, ткани, сетки, холсты, нетканые материалы и маты из рубленых или непрерывных нитей, скрепленных синтетическим связующим и устанавливает методы определения химического состава.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
 ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия
 ГОСТ 177—88 Водорода перекись. Технические условия
 ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия
 ГОСТ 1770—74 (ISO 1042—83, ISO 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
 ГОСТ 3117—78 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия
 ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
 ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия
 ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия
 ГОСТ 3769—78 Реактивы. Аммоний серноокислый. Технические условия
 ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия
 ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий серноокислый. Технические условия
 ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий серноокислый. Технические условия
 ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
 ГОСТ 4238—77 Реактивы. Квасцы алюмоаммонийные. Технические условия
 ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
 ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
 ГОСТ 4478—78 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия
 ГОСТ 5823—78 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия
 ГОСТ 6259—75 Реактивы. Глицерин. Технические условия
 ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия
 ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия
 ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
 ГОСТ 10484—78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия
 ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамина-N, N, N', N'- тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия
 ГОСТ 11293—89 Желатин. Технические условия
 ГОСТ 14183—78 Стекло органическое часовое. Технические условия
 ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
 ГОСТ 22867—77 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия
 ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251–91 (ИСО 385-1–84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ OIML R 111-1–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Гирь классов точности E_1 , E_2 , F_1 , F_2 , M_1 , $M_{1,2}$, M_2 , $M_{2,3}$ и M_3 . Часть 1. Метрологические и технические требования

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 55878–2013 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **стекловолокнистые материалы кремнеземного состава (материалы)**: Стекловолокнистые материалы с массовой долей диоксида кремния в интервале от 94 % до 98 %.

3.2 **аликвотная часть раствора**: Объем части раствора, отбираемый мерной пипеткой из общего объема мерной колбы.

3.3 **аликвотность**: Отношение общего объема мерной колбы к объему аликвотной части раствора.

4 Сущность методов анализа

4.1 Массовую долю диоксида кремния определяют двумя методами, которые обеспечивают сопоставимость результатов анализа.

4.1.1 При выполнении полного химического анализа, используют расчетный метод определения массовой доли диоксида кремния (X_{SiO_2}), исходя из формулы

$$X_{SiO_2} = 100 - (X_{Al_2O_3} + X_{Fe_2O_3} + X_{TiO_2} + X_{CaO} + X_{MgO} + X_{Na_2O} + X_{K_2O}) \quad (1)$$

где $X_{Al_2O_3}$ – массовая доля оксида алюминия, %;

$X_{Fe_2O_3}$ – массовая доля оксида железа (III), %;

X_{TiO_2} – массовая доля диоксида титана, %;

X_{CaO} – массовая доля оксида кальция, %;

X_{MgO} – массовая доля оксида магния, %;

X_{Na_2O} – массовая доля оксида натрия, %;

X_{K_2O} – массовая доля оксида калия, %.

4.1.2 В качестве поверочного метода используют ускоренный гравиметрический метод однократного выделения кремневой кислоты дегидратацией с концентрированной соляной кислотой с применением желатина.

4.2 Массовые доли оксидов кальция и магния определяют методом объемного комплексонометрического титрования с трилоном Б, который основан на образовании устойчивых, хорошо растворимых в воде комплексных соединений с ионами кальция и магния и менее устойчивых окрашенных комплексов кальция и магния с индикатором кислотным хром темно-синим, которые в эквивалентной точке титрования разлагаются с изменением цвета от розового к сине-фиолетовому. Оксид кальция определяют в щелочной среде при pH = (11-13), а оксид магния определяют по разности объемов трилона Б, пошедших на титрование суммы ионов кальция и магния при pH = (9-10) и ионов кальция при pH = (11-13).

4.3 Массовую долю оксида алюминия определяют методом комплексонометрического обратного титрования с трилоном Б, при котором ионы алюминия (Al^{3+}), железа (Fe^{3+}) и титана (TiO^{2+}) связываются при температуре кипения с трилоном Б во внутрикомплексные соединения, а избыток трилона Б титруют при pH = (5-5,5) уксуснокислым цинком с индикатором ксиленоловым оранжевым до перехода окраски раствора от желтой к ярко-малиновой.

4.4 Массовую долю диоксида титана определяют фотометрическим методом, основанным на реакции образования титаноперекисного комплекса, окрашенного в желтый цвет в разбавленной серной кислоте $[TiO(H_2O_2)(SO_4)_2]$.

4.5 Массовую долю оксида железа (III) определяют фотометрическим методом, основанным на образовании окрашенного в желтый цвет комплекса сульфосалицилата железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде при pH = (8-11).

4.6 Массовую долю оксидов натрия и калия определяют пламенно-фотометрическим методом. При анализе оксидов щелочных металлов применяют стандартные растворы известных концентраций, которые подбирают так, чтобы концентрация анализируемого раствора находилась между известными меньшей и большей концентрациями. Расчет массовых долей оксидов натрия и калия проводят по формуле линейной интерполяции или строят градуировочный график линейной зависимости показаний микроамперметра от концентрации оксида щелочного элемента $y = f(x)$.

5 Требования к условиям проведения анализа

При проведении анализа необходимо соблюдать следующие условия микроклимата в помещениях лаборатории:

- температура должна быть (20 ± 5) °C;
- изменение температуры не должно превышать 1 °C в течение 1 ч;
- относительная влажность воздуха – от 30 % до 80 %.

6 Подготовка к анализу

6.1 Порядок отбора проб от партии определяется нормативной документацией на продукцию.

6.2 Аппаратура, реактивы

Весы лабораторные аналитические класса точности II по ГОСТ Р 53228.

Гири класса F_1 по ГОСТ OIMLR 111-1.

Печь муфельная или горелка с температурой нагрева (1000 ± 5) °C.

Чашка платиновая круглодонная по ГОСТ 6563.

Эксикатор 1-180 по ГОСТ 25336, заполненный обезвоженным гранулированным хлористым кальцием.

Кальций хлористый обезвоженный гранулированный по нормативной документации, «чистый».

6.2.1 Проведение подготовки к анализу

Отобранную для испытаний пробу сокращают до аналитической пробы от 5 до 10 г материала, помещают в платиновую чашку и прокаливают в муфельной печи при температуре (1000 ± 5) °C в течение 1 ч. Затем пробу охлаждают в эксикаторе 30 ± 1 мин и берут по две параллельные навески одновременно на все определяемые компоненты.

7 Проведение полного химического анализа

7.1 Для проведения анализа и приготовления растворов для анализа применяют реактивы квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа», а также импортные реактивы. Допускается замена средств измерения, аппаратуры, реактивов и лабораторной посуды на аналогичные, не уступающие им по метрологическим и техническим характеристикам.

7.2 Определение массовой доли диоксида кремния гравиметрическим методом

7.2.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные аналитические класса точности II по ГОСТ Р 53228.

Весы технические класса точности III или IIII по ГОСТ Р 53228.

Гири класса F₁ по ГОСТ OIMLR 111-1.

Печь муфельная или горелка с номинальной температурой нагрева (1000 ± 5) °С.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Фильтры обеззоленные «белая лента» диаметром 11 см.

Термометр типа ТЛ-1-100 °С.

Баня водяная.

Лампа инфракрасного излучения ЗС-3 мощностью 300 Вт.

Тигель платиновый с крышкой по ГОСТ 6563.

Стакан В-1-200ТС по ГОСТ 25336.

Воронка В-75-110ХС по ГОСТ 25336.

Стекло часовое по ГОСТ 14183.

Эксикатор 1-180 по ГОСТ 25336, заполненный обезвоженным гранулированным хлористым кальцием.

Капельница по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый обезвоженный по НД, «чистый».

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и раствор, разбавленный 1:99.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, раствор с массовой долей 40 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Желатин технический по ГОСТ 11293, раствор с массовой долей 1 %, готовят растворением 1 г желатина в 100 см³ дистиллированной воды при постоянном помешивании в нагретой от 60 °С до 70 °С водяной бане. Используют свежеприготовленный раствор.

7.2.2 Проведение анализа

Навеску предварительно подготовленной пробы по 6.2.1 массой 0,2 г, взятую в платиновом тигле, сплавляют с 2 г углекислого натрия при температуре (1000 ± 5) °С на газовой горелке или в муфельной печи. После охлаждения сплав количественно переносят горячей дистиллированной водой в стакан вместимостью 200 см³. Затем в тигель приливают 15–20 см³ концентрированной соляной кислоты и содержимое тигля небольшими порциями переносят в стакан, предварительно накрыв его часовым стеклом во избежание разбрызгивания. После разложения сплава часовое стекло и внутренние стенки стакана смывают горячей дистиллированной водой и содержимое стакана выпаривают на водяной бане или под лампой инфракрасного излучения до влажных солей. После охлаждения в стакан добавляют 20 см³ концентрированной соляной кислоты, перемешивают содержимое, стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают при комнатной температуре от 12 до 20 ч.

Далее стакан помещают в водяную баню, нагретую до (70 ± 5) °С, и выдерживают 5 мин, перемешивая содержимое стакана стеклянной палочкой. Затем в стакан приливают 15 см³ свежеприготовленного раствора желатина с массовой долей 1 % и выдерживают при (70 ± 5) °С еще 5 мин, также непрерывно помешивая. Стакан вынимают из бани, через 5 мин, его содержимое количественно переносят на фильтр «белая лента» диаметром 11 см и промывают 12–15 раз нагретым до (70 ± 5) °С, разбавленным (1:99) по объему раствором соляной кислоты.

Фильтр с осадком помещают в прокаленный и взвешенный платиновый тигель, ставят в муфельную печь и прокаливают сначала при температуре (500 ± 5) °С 1 ч, затем при температуре (700 ± 5) °С – 30–40 мин, далее при температуре (1000 ± 5) °С – 1 – 1,5 ч. Затем тигель с осадком охлаждают в эксикаторе 20–30 мин и взвешивают (m_1).

Прокаленный и взвешенный осадок проверяют на «чистоту». Для этого в тигель прибавляют две капли серной кислоты и 10 см³ фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля выпаривают на электроплитке досуха, прокаливают 5 мин на газовой горелке или 30 мин в муфеле при температуре (1000 ± 5) °С до постоянной массы и, после охлаждения в эксикаторе, снова взвешивают (m_2).

7.2.3 Обработка результатов

Массовую долю диоксида кремния X_{SiO_2} , %, вычисляют по формуле

$$X_{\text{SiO}_2} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

где m_1 – масса тигля с осадком диоксида кремния до проверки его на «чистоту», г;
 m_2 – масса тигля с остатком после проверки осадка диоксида кремния на «чистоту», г;
 m – масса навески материала, г.

7.3 Определение массовых долей оксидов алюминия, железа (III), титана (IV), кальция и магния

7.3.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные аналитические класса точности II по ГОСТ Р 53228.

Весы технические класса точности III или IIII по ГОСТ Р 53228.

Гири класса F_1 по ГОСТ OIMLR 111-1.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Чашка платиновая круглодонная со шпателем по ГОСТ 6563.

Колба 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1-10, 1-50 по ГОСТ 1770.

Воронка В-75-110ХС по ГОСТ 25336.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и раствор концентрации $C(\text{HCl}) = 2$ моль/дм³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, раствор с массовой долей 40 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.3.2 Проведение анализа

Навеску материала, подготовленного по 6.2.1, массой 0,5 г, взятую в платиновой чашке на аналитических весах, увлажняют несколькими каплями дистиллированной воды, в чашку приливают 2 см³ серной кислоты, 10 см³ фтористоводородной кислоты и медленно выпаривают на электроплитке досуха.

К сухому остатку в чашке приливают 30 см³ раствора соляной кислоты концентрации $C(\text{HCl}) = 2$ моль/дм³ и нагревают на электроплитке до полного растворения солей. Затем раствор из чашки количественно переносят горячей дистиллированной водой в мерную колбу вместимостью 250 см³. Раствор в колбе охлаждают, доводят его объем до метки дистиллированной водой, перемешивают и в дальнейшем используют для определения массовых долей оксидов алюминия, железа (III), титана (IV), кальция и магния.

7.3.3 Определение массовой доли оксида алюминия

7.3.3.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные аналитические класса точности II по ГОСТ Р 53228.

Весы технические класса точности III или IIII по ГОСТ Р 53228.

Гири класса F_1 по ГОСТ OIMLR 111-1.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Ступка фарфоровая.

Фильтры обеззоленные «белая лента» диаметром 11 см и «красная лента» диаметром 15 см.

Колбы мерные 2-1000-2; 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Бюретки 1-2-10-0,1; 1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетки градуированные 6-2-5, 6-2-10 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1-25, 1-50 по ГОСТ 1770.

Пипетки Мора 2-2-25, 2-2-50, 2-2-100 по ГОСТ 29169.

Стакан В-1-400ТС по ГОСТ 25336.

Колба коническая Кн-1-250(300)-34 ТСХ по ГОСТ 25336.

Капельница по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Цинк металлический по ГОСТ 3640.

Трилон Б по ГОСТ 10652, раствор концентрации $C(\text{ди-Na-ЭДТА}) = 0,025$ моль/дм³, готовят растворением реактива массой 9,3065 г в дистиллированной воде, фильтруют, доводят до объема 1 дм³ в мерной колбе водой и перемешивают.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, раствор концентрации $C[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2] = 0,025$ моль/дм³, готовят следующим образом: 5,5 г уксуснокислого цинка растворяют в стакане в 200 см³ дистиллированной воды, приливают 5 см³ ледяной уксусной кислоты, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки колбы и перемешивают.

Квасцы алюмоаммонийные по ГОСТ 4238, титрованный раствор, содержащий 1 мг/см³ оксида алюминия, готовят согласно 7.2.3.3.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и раствор концентрации $C(\text{HCl}) = 2$ моль/дм³.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117 раствор с массовой долей 20 %, готовят растворением 200 г реактива в 400 см³ дистиллированной воды, фильтруют и доводят объем до 1 дм³ дистиллированной водой.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор с массовой долей 20 %, готовят растворением 200 г реактива в 300 см³ дистиллированной воды, фильтруют и доводят объем дистиллированной водой до 1 дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, растворы с массовой долей 12,5 % и 25 %.

Аммиачный буферный раствор pH = (9–10) готовят следующим образом: смешивают 100 см³ раствора хлористого аммония с массовой долей 20 %, 80 см³ раствора аммиака с массовой долей 25 % и 820 см³ дистиллированной воды.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 2 %.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор массовой долей 1 %.

Ксиленоловый оранжевый (индикатор) по нормативной документации.

Метиловый красный (индикатор) раствор с массовой долей 0,2 % в этаноле.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 55878.

Кислотный хром темно-синий (индикатор), готовят следующим образом: 0,1 г индикатора растирают в ступке с 5 г хлорида натрия или калия.

7.3.3.2 Определение поправочного коэффициента для приведения концентрации раствора трилона Б к точной концентрации 0,025 моль/дм³

Навеску металлического цинка массой 0,15–0,20 г, взятую на аналитических весах, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, приливают 5–7 см³ концентрированной соляной кислоты, 20 см³ дистиллированной воды, нагревают до кипения и медленно кипятят до полного растворения цинка. После охлаждения раствор доливают до метки колбы дистиллированной водой и перемешивают взбалтыванием.

Пипеткой отбирают 25 см³ полученного раствора в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 75 см³ дистиллированной воды, 15 см³ аммиачного буферного раствора и 5 см³ раствора аммиака с массовой долей 25 %, на кончике шпателя добавляют индикатор кислотный хром темно-синий и титруют приготовленным раствором трилона Б до перехода окраски раствора от малиновой к синей.

Титрование проводят не менее трех раз, принимая для расчета среднее арифметическое значение. Поправочный коэффициент K рабочего раствора трилона Б вычисляют по формуле

$$K = \frac{M}{V \cdot B \cdot 0,03268 \cdot 0,05}, \quad (3)$$

где M – масса навески цинка, г;

V – объем рабочего раствора трилона Б, израсходованный на титрование аликвотной части раствора, см³;

B – аликвотность;

0,03268 – мг-эквивалент цинка, выраженный в граммах;

0,05 – расчетная эквивалентная концентрация (нормальность) 0,025 М раствора трилона Б.

7.3.3.3 Установка титра раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм³ по оксиду алюминия
Титр трилона Б по оксиду алюминия устанавливают по алюмоаммонийным квасцам. Для приготовления титрованного раствора, содержащего 1 мг/см³ оксида алюминия, навеску алюмоаммонийных квасцов массой 8,89 г растворяют при нагревании в 300 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³, приливают 5 см³ концентрированной соляной кислоты, охлаждают, доводят его объем до метки колбы дистиллированной водой и перемешивают.

Титр приготовленного раствора определяют гравиметрическим методом.

Для этого пипеткой отбирают три аликвотные части по 50 см³ раствора алюмоаммонийных квасцов и помещают в стаканы вместимостью 400 см³ каждый. В стакан добавляют 15 см³ раствора хлористого аммония с массовой долей 20 %, прибавляют две капли индикатора метилового красного и нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25 % до слабокислой реакции. Затем раствор нагревают до кипения и осаждают алюминий в виде гидроксида $Al(OH)_3$ раствором аммиака с массовой долей 12,5 % до перехода окраски раствора от розовой к желтой. При этой операции следует избегать избытка аммиака (до слабого запаха аммиака). Стакан с содержимым выдерживают в теплом месте от 10 до 15 мин и раствор с осадком фильтруют через фильтр «белая лента» диаметром 11 см. Осадок на фильтре промывают небольшими порциями горячего раствора азотнокислого аммония с массовой долей 2 % до исчезновения реакции в промывной жидкости на хлор-ион (реакция с рас-

твором нитрата серебра в азотнокислой среде). Раствор азотнокислого аммония предварительно нейтрализуют 12,5 %-ным аммиаком по метиловому красному до желтого цвета.

Фильтр с осадком помещают в прокаленный и взвешенный платиновый тигель, подсушивают, ставят в холодную муфельную печь, озоляют при температуре от 400 °С до 500 °С и прокаливают сначала в муфельной печи при температуре (1000 ± 5) °С, затем на горелке с горном или в муфеле при температуре (1200 ± 5) °С до постоянной массы.

Титр раствора алюмоаммонийных квасцов T , выраженный в г/см³ оксида алюминия, определяют по формуле

$$T = \frac{m}{V}, \quad (4)$$

где m – масса осадка оксида алюминия в аликвотной части раствора, г;

V – объем раствора алюмоаммонийных квасцов, взятый для осаждения, см³.

Для установки титра 0,025 М раствора трилона Б по оксиду алюминия, бюреткой отбирают 10 см³ титрованного раствора алюмоаммонийных квасцов в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают из бюретки 15 см³ 0,025 М раствора трилона Б и 10 см³ раствора уксуснокислого аммония с массовой долей 20 % из цилиндра, и раствор в колбе кипятят 1–2 мин. После охлаждения титруют избыток 0,025 М раствора трилона Б 0,025 М раствором уксуснокислого цинка по индикатору ксиленоловому оранжевому до перехода окраски раствора от желтой к малиновой.

Титр 0,025 М раствора трилона Б T , в г/см³ оксида алюминия, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{15 - V \cdot K_c}, \quad (5)$$

где m – масса оксида алюминия в 10 см³ титрованного раствора алюмоаммонийных квасцов, определенная гравиметрическим методом, г;

15 – объем раствора трилона Б концентрации $C(\text{ди-На-ЭДТА}) = 0,025$ моль/дм³, взятый в избытке, см³;

V – объем раствора уксуснокислого цинка концентрации $C[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2] = 0,025$ моль/дм³, израсходованный на титрование избытка трилона Б, см³;

K_c – коэффициент соответствия 0,025 М раствора уксуснокислого цинка 0,025 М раствору трилона Б, который устанавливают титрованием 10 см³ титрованного раствора трилона Б раствором уксуснокислого цинка, добавив 5 см³ раствора уксуснокислого аммония с массовой долей 20 % (рН = 5–5,5), по индикатору ксиленоловому оранжевому до перехода окраски раствора от желтой к малиновой.

Коэффициент соответствия K_c вычисляют по формуле

$$K_c = \frac{10}{V} \quad (6)$$

где V – объем 0,025 М раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование 10 см³ 0,025 М раствора трилона Б, см³.

7.3.3.4 Проведение анализа

Из мерной колбы пипеткой отбирают 50 см³ раствора в коническую колбу вместимостью 250 см³ и приливают 25 см³ дистиллированной воды. Затем раствор в колбе нейтрализуют раствором уксуснокислого аммония с массовой долей 20 % по универсальной индикаторной бумажке до изменения ее цвета от малинового к желтому (рН = 5–5,5), добавляют из бюретки 5 см³ титрованного раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм³ и кипятят на электроплитке 1–2 мин. После охлаждения к раствору приливают 10 см³ уксуснокислого аммония в избытке, прибавляют на кончике шпателя сухой индикатор ксиленоловый оранжевый и окрасившийся в желтый цвет раствор титруют раствором уксуснокислого цинка концентрации 0,025 моль/дм³ до перехода окраски в ярко-малиновую.

7.3.3.5 Обработка результатов

Массовую долю оксида алюминия $X_{\text{Al}_2\text{O}_3}$, %, вычисляют по формуле

$$X_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{(V - V_1 - V_2 \cdot K_c) \cdot T \cdot B \cdot 100}{m}, \quad (7)$$

где V – объем раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм³, взятый в избытке, равный 5 см³;
 V_1 – объем раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование оксида железа (III) и диоксида титана в такой же аликвотной части раствора, см³;
 V_2 – объем раствора уксуснокислого цинка концентрации 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование избытка трилона Б, см³;
 K_c – коэффициент соответствия 0,025 М раствора уксуснокислого цинка 0,025 М раствору трилона Б;
 T – титр раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм³ по оксиду алюминия, г/см³, 7.3.3.3.
 m – масса навески материала, г.
 V_1 – объем раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование оксида железа (III) и диоксида титана в такой же аликвотной части раствора
 Объем раствора трилона Б V_1 , см³, концентрации 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование оксида железа (III) и диоксида титана, вычисляют по формуле

$$V_1 = \frac{m}{0,002 \cdot K \cdot B}, \quad (8)$$

где m – суммарная масса оксида железа (III) и диоксида титана в навеске, взятой для определения оксида алюминия, г;
 0,002 – титр 0,025 М раствора трилона Б по оксиду железа (III) и диоксиду титана, г/см³;
 K – поправочный коэффициент рабочего раствора трилона Б для приведения его концентрации к точно 0,025 М, равный 1;
 B – аликвотность, равная 5.

Пример расчета V_1

Если сумма массовых долей оксида железа (III) и диоксида титана, определенных фотометрическим методом, равна 0,2 %, то массу оксида железа (III) и диоксида титана (m) в навеске 0,5 г, взятой для определения оксида алюминия, находят из пропорции:
 0,5 г – 100 %

$$m, \text{ г} - 0,2 \%, \text{ откуда } m = \frac{0,2 \cdot 0,5}{100} = 0,001 \text{ г}$$

Затем, по формуле (7), вычисляют объем 0,025 М раствора трилона Б (V_1), связанный с 0,001 г суммы оксида железа (III) и диоксида титана:

$$V_1 = \frac{0,001}{0,002 \cdot 1 \cdot 5} = 0,1$$

7.3.4 Определение массовой доли оксида железа (III)

7.3.4.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные аналитические класса точности II по ГОСТ Р 53228.

Весы технические класса точности III или IIII по ГОСТ Р 53228.

Гири класса F_1 по ГОСТ OIMLR 111-1.

Фотоэлектрический колориметр или спектрофотометр любой марки с длиной волны, соответствующей максимальному пропусканию $\lambda_{\text{max}} = 440$ нм.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Колбы мерные 2-1000-2; 2-250-2; 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 6-2-15, 6-2-10 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1-25, 1-50 по ГОСТ 1770.

Пипетки Мора 2-2-25, 2-2-50, 2-2-100 по ГОСТ 29169.

Стаканы В-1-400ТС по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-1-250(300)-34 ТСХ по ГОСТ 25336.

Капельница по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Железоаммонийные квасцы по нормативной документации, стандартные растворы, готовят по 7.3.4.2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 20 %, готовят растворением 200 г реактива в 400 см³ дистиллированной воды, фильтруют, доводят объем водой до 1 дм³ и перемешивают.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор концентрации $C(\text{NH}_4\text{Cl}) = 1$ моль/дм³, готовят растворением 53,5 г реактива в 200 см³ дистиллированной воды, фильтруют, доводят объем водой до 1 дм³ и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 12,5 %, готовят разбавлением 1:1 аммиака с массовой долей 25 %.

7.3.4.2 Приготовление стандартных растворов

Раствор А. Навеску железоаммонийных квасцов массой 0,604 г, взвешенную на аналитических весах, растворяют в 200 см³ дистиллированной воды, подкисленной 10 см³ концентрированной соляной кислоты, разбавляют водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают. Данный раствор содержит 0,1 мг/см³ оксида железа (III).

Раствор Б. Готовят разбавлением раствора А в 10 раз, для чего пипеткой отбирают 100 см³ раствора А, разбавляют его в мерной колбе вместимостью 1000 см³ дистиллированной водой и перемешивают. Данный раствор содержит 0,01 мг/см³ оксида железа (III) и используется для построения градуировочного графика в интервале концентраций от 0,01 до 0,10 мг оксида железа (III).

Допускается приготовление стандартных растворов оксида железа (III) из Государственных стандартных образцов.

7.3.4.3 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая отбирают пипетками 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09 и 0,10 мг оксида железа (III). В каждую колбу приливают по 10 см³ раствора хлористого аммония, по 15 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и по каплям из пипетки добавляют раствор аммиака с массовой долей 12,5 % до появления устойчивого желтого окрашивания плюс еще 3 см³ раствора аммиака в избытке. Объемы растворов в колбах доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность растворов в кюветках толщиной слоя 50 мм при длине волны $\lambda_{\text{max}} = 440$ нм относительно нулевого раствора, используя фотоколориметр или спектрофотометр любой марки.

По полученным данным строят график зависимости оптической плотности (D) от концентрации $[C(\text{Fe}_2\text{O}_3)]$ в 100 см³ раствора в координатах $D=f(C)$, который повторяют при смене реактивов и не реже одного раза в квартал.

7.3.4.4 Проведение анализа

Из мерной колбы пипеткой отбирают 25 см³ анализируемого раствора и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. В колбу прибавляют от одной до двух капель концентрированной азотной кислоты, раствор кипятят на электроплитке от 1 до 2 мин, охлаждают и приливают все реактивы и в таких же количествах, как при построении градуировочного графика. Затем измеряют оптическую плотность растворов при тех же условиях относительно «холостого» опыта, проведенного через все стадии анализа, и по градуировочному графику находят соответствующие значения концентраций $[C(\text{Fe}_2\text{O}_3)]$ в 100 см³ раствора.

7.3.4.5 Обработка результатов

Массовую долю оксида железа (III) $\{X_{\text{Fe}_2\text{O}_3}\}$, %, вычисляют по формуле

$$X_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000}, \quad (9)$$

где С – концентрация оксида железа в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, мг/100 см³;

V – общий объем анализируемого раствора, 250 см³;

V₁ – объем аликвотной части раствора, 25 см³;

1000 – коэффициент пересчета граммов в миллиграммы;

m – масса навески материала, г.

7.3.5 Определение массовой доли диоксида титана

7.3.5.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные аналитические класса точности II по ГОСТ Р 53228.

Весы технические класса точности III или IIII по ГОСТ Р 53228.

Гири класса F₁ по ГОСТ OIMLR 111-1.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева до (350 ± 5) °С.

Фотоэлектрический колориметр или спектрофотометр любой марки с длиной волны, соответствующей максимальному пропусканию $\lambda_{\text{max}} = 440$ нм.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Эксикатор 1-180 по ГОСТ 25336, заполненный обезвоженным гранулированным хлористым кальцием.

Кальций хлористый обезвоженный гранулированный по нормативной документации, «чистый».

Стекло часовое по ГОСТ 14183.

Колбы мерные 2-1000-2; 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 6-2-15, 6-2-10 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1-25, 1-50 по ГОСТ 1770.

Пипетки Мора 2-2-10, 2-2-50 по ГОСТ 29169.

Стаканы В-1-200ТС, В-1-400ТС по ГОСТ 25336.

Капельница по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Титана диоксид по нормативной документации, «особой чистоты», стандартные растворы, готовят по 7.3.5.2.

Аммоний серноокислый по ГОСТ 3769.

Перекись водорода по ГОСТ 177, раствор с массовой долей 3 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и раствор с массовой долей 5%.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, концентрированная.

7.3.5.2 Приготовление стандартных растворов

Диоксид титана предварительно сушат в течение 1 ч при температуре от 100 °С до 110 °С. После охлаждения в эксикаторе навеску реактива массой 1,0000 г, взвешенную на аналитических весах, помещают в сухой стакан вместимостью 200 см³, в стакан добавляют в 25 г сухого серноокислого аммония и приливают 50 см³ концентрированной серной кислоты. Стакан закрывают часовым стеклом, ставят на электроплитку со слабым нагревом и выдерживают на плитке до полного растворения навески.

После охлаждения к раствору приливают 30 см³ дистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки колбы раствором серной кислоты с массовой долей 5 % и перемешивают. Титр приготовленного раствора диоксида титана должен быть равным 0,001 г/см³, проверяют весовым методом, осаждая аликвотную часть раствора 50 см³ как полугорные оксиды (см. 7.3.3.3).

Для построения градуировочного графика используют разбавленный в 10 раз раствор. Для этого пипеткой отбирают 10 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки колбы дистиллированной водой и используют для построения градуировочного графика в интервале концентраций от 0,1 до 0,5 мг диоксида титана.

Титр данного раствора составляет 0,0001 г/см³ диоксида титана или в 1 см³ раствора содержится 0,1 мг диоксида титана.

Допускается приготовление стандартных растворов диоксида титана из Государственных стандартных образцов (ГСО).

7.3.5.3 Построение градуировочного графика

Пипеткой отбирают 0, 1, 2, 3, 4, 5 см³ приготовленного стандартного раствора, что соответствует 0,0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 мг диоксида титана и помещают в мерные колбы вместимостью 100 см³. Затем в колбы приливают по 20 см³ серной кислоты с массовой долей 5 %, по четыре капли ортофосфорной кислоты и по 10 см³ перекиси водорода, объем в колбах доводят до метки раствором серной кислоты с массовой долей 5 % и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют в кюветах толщиной слоя 50 мм при длине волны $\lambda_{\text{max}} = 440$ нм относительно нулевого раствора, используя фотоколориметр или спектрофотометр любой марки.

По полученным данным строят градуировочный график прямой зависимости оптической плотности окрашенных растворов (D) от концентрации [C(TiO₂)] в координатах D = f(C). График проверяют при смене реактивов и не реже одного раза в квартал.

7.3.5.4 Проведение анализа

Из мерной колбы пипеткой отбирают 50 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³, после чего приливают те же реактивы, что и при построении градуировочного графика. Затем измеряют оптическую плотность растворов при тех же условиях относительно «холостого» опыта, прове-

денного через все стадии анализа, и по градуировочному графику находят соответствующие значения концентрации $[C(\text{TiO}_2)]$ в 100 см^3 раствора.

7.3.5.5 Обработка результатов

Массовую долю диоксида титана X_{TiO_2} , % вычисляют по формуле

$$X_{\text{TiO}_2} = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000}, \quad (10)$$

где C – концентрация диоксида титана в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, $\text{мг}/100 \text{ см}^3$;

V – общий объем анализируемого раствора, 250 см^3 ;

V_1 – объем аликвотной части раствора, 25 см^3 ;

1000 – коэффициент пересчета граммов в миллиграммы;

m – масса навески материала, г.

7.3.6 Определение массовой доли оксида кальция

7.3.6.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Микробюретка вместимостью 2 см^3 с ценой деления 0,01 по ГОСТ 29251.

Цилиндры 1-25, 1-50 по ГОСТ 1770.

Пипетки Мора 2-2-50 по ГОСТ 29169.

Колба коническая Кн-1-250(300)-34 ТСХ по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.3.3.1. Трилон Б по ГОСТ 10652, раствор концентрации $C(\text{ди-На-ЭДТА}) = 0,025 \text{ моль}/\text{дм}^3$, готовят по

Натрий гидроксид по ГОСТ 4328, раствор концентрации $C(\text{NaOH}) = 2 \text{ моль}/\text{дм}^3$.

Глицерин по ГОСТ 6259, раствор с массовой долей 20 % (объемн.).

Триэтаноламин по нормативной документации, «чистый», раствор с массовой долей 10 % (объемн.).

Кислотный хром темно-синий (индикатор), готовят следующим образом: 0,1 г индикатора растирают в ступке с 5 г хлористого натрия или калия.

7.3.6.2 Проведение анализа

Из мерной колбы пипеткой отбирают 50 см^3 раствора и помещают в коническую колбу вместимостью 250 или 300 см^3 . Параллельно отбирают «холостую» пробу¹⁾.

К раствору в колбе приливают 25 см^3 дистиллированной воды, 3 см^3 раствора глицерина, 4 см^3 раствора триэтанолamina и, опустив в раствор кусочек индикаторной бумаги конго, нейтрализуют раствором едкого натра концентрации $2 \text{ моль}/\text{дм}^3$ до перехода окраски бумаги от синей к красной, плюс 3 см^3 едкого натра в избытке.

Затем на кончике шпателя прибавляют индикатор кислотный хром темно-синий и окрасившийся в розовый цвет раствор титруют из микробюретки раствором трилона Б концентрации $0,025 \text{ моль}/\text{дм}^3$ до перехода окраски в сине-фиолетовую.

7.3.6.3 Обработка результатов

Массовую долю оксида кальция X_{CaO} , % вычисляют по формуле

$$X_{\text{CaO}} = \frac{(V - V_0) \cdot K \cdot T \cdot B \cdot 100}{m} \quad (11)$$

где V_0 – объем раствора трилона Б концентрации $0,025 \text{ моль}/\text{дм}^3$, израсходованный на титрование «холостой» пробы, см^3 ;

V – объем раствора трилона Б концентрации $0,025 \text{ моль}/\text{дм}^3$, израсходованный на титрование ионов кальция, см^3 ;

K – поправочный коэффициент рабочего раствора трилона Б для приведения его концентрации к точно $0,025 \text{ М}$;

T – титр $0,025 \text{ М}$ (точно) раствора трилона Б, выраженный в граммах оксида кальция и равный $0,001402 \text{ г}/\text{см}^3$;

¹⁾ К 50 см^3 дистиллированной воды в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и приливают все реактивы и в таких же количествах, как при определении оксида кальция по 7.3.6.2.

B – аликвотность;

m – масса навески материала, г.

7.3.7 Определение массовой доли оксида магния

7.3.7.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Микробюретка вместимостью 2 см³ с ценой деления 0,01 по ГОСТ 29251.

Цилиндры 1-25, 1-50 по ГОСТ 1770.

Пипетки Мора 2-2-50 по ГОСТ 29169.

Колба коническая Кн-1–250(300)–34 ТСХ по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Трилон Б по ГОСТ 10652, раствор концентрации

$C(\text{ди-На-ЭДТА}) = 0,025 \text{ моль/дм}^3$, готовят по 7.3.3.1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 12,5 %.

Аммиачный буферный раствор (рН= 9-10), готовят по 7.3.3.1.

Глицерин по ГОСТ 6259, раствор с массовой долей 20 % (объемн.).

Триэтанолламин по нормативной документации, «чистый», раствор с массовой долей 10 % (объемн.).

Кислотный хром темно-синий (индикатор), готовят следующим образом: 0,1 г индикатора растирают в ступке с 5 г хлористого натрия или калия.

7.3.7.2 Проведение анализа

Из мерной колбы пипеткой отбирают 50 см³ раствора и помещают в коническую колбу вместимостью 250 или 300 см³. В колбу приливают 25 см³ дистиллированной воды, 3 см³ раствора глицерина, 4 см³ раствора триэтанолламина, 10 см³ аммиачного буферного раствора и 10 см³ раствора аммиака с массовой долей 12,5 %, прибавляют на кончике шпателя индикатор кислотный хром темно-синий и титруют из микробюретки раствором трилона Б концентрации 0,025 моль/дм³ до перехода окраски от розовой к сине-фиолетовой.

7.3.7.3 Обработка результатов

Массовую долю оксида магния X_{MgO} , %, вычисляют по формуле

$$X_{\text{MgO}} = \frac{(V_1 - V) \cdot K \cdot T \cdot B \cdot 100}{m} \quad (12)$$

где V_1 – объем раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование суммы ионов кальция и магния, см³;

V – объем раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование ионов кальция, см³;

T – титр 0,025 М (точно) раствора трилона Б, выраженный в граммах оксида магния и равный 0,001008, г/см³;

K, B, m – по 7.3.6.3.

7.4 Определение массовых долей оксидов натрия и калия

7.4.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные аналитические класса точности II по ГОСТ Р 53228.

Весы технические класса точности III или IIII по ГОСТ Р 53228.

Гири класса F₁ по ГОСТ OIMLR 111-1.

Пламенный фотометр модели ПФМ или другой марки.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева до (350 ± 5) °С.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Чашка платиновая круглодонная со шпателем по ГОСТ 6563.

Колбы мерные 2-1000-2; 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 6-2-5, 6-2-10 по ГОСТ 29227.

Пипетки Мора 2-2-100 по ГОСТ 29169.

Стаканы В-1-50ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-10, 1-25 по ГОСТ 1770.

Воронки В-75-110ХС по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные «синяя лента» диаметром 11 см.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий серноокислый безводный по ГОСТ 4166, стандартные растворы, готовят по 7.4.2.

Калий серноокислый по ГОСТ 4145, стандартные растворы, готовят по 7.4.2.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 55878.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, раствор с массовой долей 40 %.

7.4.2 Приготовление стандартных растворов

Для приготовления стандартного раствора оксида натрия на аналитических весах берут навеску массой 2,2918 г серноокислого натрия, высушенного при температуре 200 °С в течение 1 ч, количественно переносят дистиллированной водой в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют, доводят водой до метки колбы и перемешивают.

Для приготовления стандартного раствора оксида калия на аналитических весах берут навеску массой 1,8499 г серноокислого калия, предварительно высушенного при температуре 150 °С в течение 1 ч, далее поступают так же, как при приготовлении стандартного раствора серноокислого натрия. Титр приготовленных стандартных растворов равен 0,001 г/см³.

Для определения массовой доли оксида калия используют разбавленный в 10 раз стандартный раствор. Для этого пипеткой отбирают 100 см³ стандартного раствора серноокислого калия, разбавляют в мерной колбе вместимостью 1000 см³ дистиллированной водой и перемешивают.

Примечание – Для удобства, при подборе концентраций рабочих стандартных растворов, титры стандартных растворов серноокислого натрия и серноокислого калия выражают в процентах относительно навески материала массой 0,5000 г. Для серноокислого натрия – 0,2 %, для серноокислого калия – 0,02 %.

Стандартные растворы хранят в полиэтиленовой посуде.

Рабочие стандартные растворы подбирают так, чтобы концентрация анализируемого раствора (X) находилась между известными меньшей (X₁) и большей (X₂) концентрациями рабочих стандартных растворов, т. е. (X₁ < X < X₂).

Для приготовления рабочих стандартных растворов пипеткой отбирают соответствующие объемы приготовленных стандартных растворов оксидов натрия и калия, помещают в мерные колбы вместимостью 100 см³, приливают 25 см³ этилового спирта, доводят дистиллированной водой до метки колбы, перемешивают и используют для фотометрирования.

Для определяемых количеств оксида натрия и оксида калия в таблице 1 указаны объемы стандартных растворов серноокислого натрия и серноокислого калия, которые следует отбирать при приготовлении рабочих растворов.

Таблица 1

Массовая доля R ₂ O относительно навески массой точно 0,5000 г, %	Объем стандартного раствора, содержащего 1 мг/см ³ Na ₂ O в 100 см ³ рабочего, см ³	Объем стандартного раствора, содержащего 0,1 мг/см ³ K ₂ O в 100 см ³ рабочего, см ³
Для определения массовой доли Na ₂ O		
0,20	1,0	–
0,40	2,0	–
0,60	3,0	–
0,80	4,0	–
1,00	5,0	–
Для определения массовой доли K ₂ O		
0,02	–	1,0
0,04	–	2,0
0,06	–	3,0
0,08	–	4,0
0,10	–	5,0

7.4.3 Условия измерения на пламенном фотометре ПФМ

Давление воздуха и давление газа должны поддерживаться постоянными. При изменении одного из этих параметров во время трех последовательных замеров (Y₁ → Y → Y₂) данный параметр корректируется и снова проводят измерения.

Чувствительность (ослабление), диафрагму и Д-ИРИС устанавливают так, чтобы показания микроамперметра для X, X₁ и X₂ находились в диапазоне от 40 до 70 мА.

Рабочие стандартные растворы с меньшей и большей концентрациями соответственно X₁ и X₂, подбирают так, чтобы разность показаний микроамперметра (Y₁ – Y) и (Y₂ – Y) составляла не менее 5 мА, а разность концентраций (X₂ – X₁) должна быть не более 0,3 % для оксида натрия и не более 0,06 % для оксида калия относительно точной навески материала 0,5000 г.

При использовании пламенного фотометра другой модели условия измерения должны быть в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

7.4.4 Проведение анализа

Навеску материала массой 0,5 г, взятую в платиновой чашке, увлажняют несколькими каплями воды, приливают 1 см³ серной кислоты, 10 см³ фтористоводородной кислоты, и содержимое чашки выпаривают досуха и прокаливают на открытой электроплитке до полного удаления паров серного ангидрида (SO₂).

К сухому остатку в чашку приливают 20 см³ горячей воды и нагревают на электроплитке до полного растворения щелочей. Затем раствор из чашки количественно переносят горячей водой через воронку в мерную колбу вместимостью 100 см³, кипятят 1 – 2 мин на плитке, охлаждают, приливают 25 см³ этилового спирта, доводят до метки колбы водой и перемешивают. После этого раствор из колбы фильтруют через сухой сдвоенный фильтр «синяя лента» в сухой стакан вместимостью 50 см³, отбрасывая первую порцию фильтрата. Полученный раствор используют для определения оксидов натрия и калия.

Фотометрируют сначала рабочий стандартный раствор с меньшей концентрацией определяемого щелочного элемента, затем анализируемый раствор, затем рабочий стандартный раствор с большей концентрацией.

7.4.5 Обработка результатов

Массовую долю оксида натрия или калия X_{R_2O} , %, вычисляют по формуле

$$X_{R_2O} = \left[X_1 + \frac{(Y - Y_1) \cdot (X_2 - X_1)}{(Y_2 - Y_1)} \right], \quad (13)$$

где X_1 – концентрация R₂O рабочего стандартного раствора с меньшей массовой долей, %;

X_2 – концентрация R₂O рабочего стандартного раствора с большей массовой долей, %;

Y_1 – показания микроамперметра для X_1 ;

Y – показания микроамперметра для анализируемого раствора;

Y_2 – показания микроамперметра для X_2 .

7.5 Обработка результатов полного анализа

За результат полного химического анализа кремнеземного материала Σ ПХА, %, принимают сумму средних из двух параллельных значений каждого определяемого компонента. Сумма полного химического анализа материала должна составлять: Σ ПХА = (100,00 ± 0,20) %.

8 Показатели точности измерений

8.1 За результат анализа по определяемому компоненту принимают среднее арифметическое значение из двух параллельных определений.

8.2 Промежуточные вычисления проводят до третьего знака после запятой, результат округляют до второго знака после запятой.

8.3 Навески материала взвешивают на аналитических весах с погрешностью ±0,0002 г.

8.4 При гравиметрическом определении массовой доли диоксида кремния осадок прокаливают до постоянной массы, т.е. масса при двух последовательных взвешиваниях не должна различаться более чем на 0,0002 г.

8.5 При определении массовой доли оксида натрия или калия, измерения на пламенном фотометре модели ПФМ проводят не менее трех раз, вычисляя средние арифметические значения показаний микроамперметра.

8.6 При построении градуировочных графиков для определения диоксида титана и оксида железа (III) проводят не менее трех измерений для каждой точки, принимая за результат среднее арифметическое значение.

8.7 За результат массовой доли определяемого компонента принимают среднее арифметическое значение из двух параллельных навесок. Допустимые расхождения между результатами параллельных определений приведены в таблице 2.

Таблица 2

Наименование определяемого компонента (формула)	Массовая доля компонента по НД, %	Допустимое расхождение между параллельными определениями, %	Норма точности результата определения массовой доли компонента, %	Доверительная вероятность
Диоксид кремния (SiO ₂)	95,5 ± 1,5	0,30	± 0,50	0,95
Оксид алюминия (Al ₂ O ₃)	3,75 ± 0,75	0,10	± 0,25	
Оксид натрия (Na ₂ O)	≤ 1,0	0,05	± 0,33	
Оксид калия (K ₂ O)		0,008		
∑ примесей	≤ 1,0	—	± 0,33	—
Диоксид титана (TiO ₂)	0,03-0,10	0,008	—	0,95
Оксид железа (III) (Fe ₂ O ₃)	0,03-0,10	0,008		
Оксид кальция (CaO)	0,15-0,30	0,02		
Оксид магния (MgO)	0,02-0,10	0,02		

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующие данные:

- наименование изготовителя и его товарный знак;
- ссылка на настоящий национальный стандарт;
- все детали, необходимые для идентификации испытанного продукта из кремнеземного материала;
- дата и место проведения испытаний;
- количество проб для испытаний;
- результаты полного химического анализа по каждому определяемому показателю, полученные как среднее арифметическое двух результатов;
- любые технологические детали, не оговоренные в настоящем национальном стандарте, и любые обстоятельства, могущие повлиять на полученные результаты;
- фамилию лица, проводившего испытания.

УДК 621.315.14:006.354

ОКС 59.100.10

ОКП 351000

Ключевые слова: стекловолокнистые материалы, кремнеземные материалы, методы испытаний, определение химического состава

Подписано в печать 02.03.2015. Формат 60x84¹/₈.
Усл. печ. л. 2,33. Тираж 31 экз. Зак. 1139.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru