

ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения окиси магния

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

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;

триэтанолламин (2, 2', 2''-нитрилтриэтанол) по нормативно-технической документации, разбавленный 1:3. Неочищенный триэтанолламин, имеющий бурую окраску, очищают следующим образом:

100 см³ триэтанолламина 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 триэтанолламина отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 2—3 раза спиртом и высушивают на воздухе. Применяют 25%-ный раствор (по массе) солянокислого триэтанолламина;

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;

С. 2 ГОСТ 24523.5—80

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

соль динатриевую этилендиамин-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 сернокислого 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 сернокислого магния, вычисленная по окиси магния, г/см³;

V — объем стандартного раствора сернокислого 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 фильтра.

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)