УДК 666.76:543.06:006.354 Группа И29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

Методы определения окиси магния

Refractory materials and products. Methods for the determination of magnesium oxide

ГОСТ 2642.8—86

(СТ СЭВ 2220—80, СТ СЭВ 4550—84, СТ СЭВ 4551—84)

Взамен ГОСТ 2642.8—81

ОКСТУ 1509

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1986 г. № 1312 срок действия установлен

с 01.07.87
до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземо-известковые, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные, известково-периклазовые и карбидкремниевые и устанавливает методы определения окиси магния: комплексонометрические методы (при массовой доле окиси магния от 1 до 98 %) — для перечисленных типов огнеупорных материалов и изделий; комплексонометрический метод для анализа огнеупорных материалов и изделий, содержащих хром и хромовые руды, при массовой доле окиси магния от 1 и более 45% и комплексонометрический метод для кремнеземистых огнеупорных материалов и изделий с массовой долей двуокиси кремния 80% и более, а также карбидкремниевых при массовой доле окиси магния до 3%; атомно-абсорбционные методы — для кремнеземистых огнеупорных материалов и изделий с массовой долей двуокиси кремния 80% и более при массовой доле окиси магния до 10% и для кремнеземистых, алюмосиликатных, глиноземистых при массовой доле окиси магния от 0,1 до 10%.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2220—80, СТ СЭВ 4550—84, СТ СЭВ 4551—84.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2642.0—86.

2. МЕТОД ОБРАТНОГО КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

(при массовой доле окиси магния от 1 до 98%)

2.1. **Сущность метода**

Метод основан на обратном комплексонометрическом титровании суммы окисей кальция и магния с индикатором 1,2-(пиридил-азо)-2-нафтолом при pH 10 в растворе после осаждения аммиаком или уротропином суммы полуторных окислов вместе с кремниевой кислотой. Массовую долю окиси магния вычисляют по разности суммарной массовой доли окислов кальция, магния и окиси кальция.

2.2. **Реактивы и растворы**

Магний сернокислый по ГОСТ 4523—77, х.ч.

Окись магния марки 11—2 по ГОСТ 4526—75, х.ч. или ос.ч.

Стандартный раствор окиси магния молярной концентрации 0,05 моль/дм^3: 12,3245 г сернокислого магния растворяют в воде и переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси магния 0,002016 г/см^3 (C_2).

Для приготовления стандартного раствора допускается применять окись магния, предварительно прокаленную при (950±50) °С до постоянной массы.

Раствор аммиачный буферный с pH 10: 67,5 г хлористого аммония растворяют в воде, приливают 570 см^3 раствора аммиака и доводят водой до 1000 см^3.

Медь (II) сернокислая 5-водная (сульфат меди) по ГОСТ 4165—78, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3: 12,5 г сернокислой меди растворяют в воде, приливают 2 см^3 серной кислоты, доводят водой до 1000 см^3, перемешивают.

Индикатор 1,2-(пиридил-азо)-2-нафтол (ПАН), спиртовый раствор 2 г/дм^3.

Остальные реактивы и растворы — по ГОСТ 2642.7—86.

Устанавливают соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди: отмеряют бюреткой 10 см^3 раствора трилона Б в коническую колбу вместимостью 300 см^3, прибавляют примерно 100 см^3 воды, 15—20 см^3 аммиачного буферного раствора с pH 10, 5—7 капель индикатора ПАН и титруют раствором сернокислой меди до перехода окраски из желто-зеленой в сине-фиолетовую. Для оценки соотношения растворов проводят не менее трех титрований и берут среднее арифметическое значение объемов раствора сернокислой меди, израсходованных на титрование.

Соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V}{V_1},$$

где V — объем раствора трилона Б, взятый для установки соотношения, см³;

V_1 — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование, см³.

2.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси магния

В коническую колбу вместимостью 300 см³ отбирают пипеткой 10 см³ стандартного раствора окиси магния, приливают примерно 100 см³ воды, 35 см³ раствора трилона Б, 10—15 см³ аммиачного буферного раствора с pH 10 и 5—7 капель раствора индикатора ПАН. Избыток раствора трилона Б оттитровывают раствором сернокислой меди до перехода окраски раствора из желто-зеленой в сине-фиолетовую. Для установки массовой концентрации раствора трилона Б по окиси магния проводят не менее трех титрований.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C) в г/см³ окиси магния вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_2 \cdot 10}{V_2 - KV_3},$$

где C_2 — массовая концентрация стандартного раствора окиси магния, г/см³;

10 — объем аликвотной части стандартного раствора окиси магния, см³;

V_2 — объем раствора трилона Б, см³;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

V_3 — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см³.

2.3. **Проведение анализа**

Аликвотную часть раствора, полученного по ГОСТ 2642.7—86, равную 50 или 100 см³ в зависимости от массовой доли окиси магния, или соответствующую аликвотную часть раствора, полученного по ГОСТ 2642.4—86 (раствор 4), помещают в коническую колбу вместимостью 300 см³, прибавляют от 25 до 60 см³ раствора трилона Б (в зависимости от суммарной массовой доли окисей кальция и магния), приливают 10—15 см³ аммиачного буферного раствора, 5—7 капель раствора индикатора ПАН и оттитровывают избыточное количество раствора трилона Б раствором сернокислой меди до перехода окраски раствора из желто-зеленой в сине-фиолетовую.

2.4. **Обработка результатов**

2.4.1. Массовую долю окиси магния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \left(\frac{V_3 - K \cdot V_4}{m} - \frac{X}{C_1 \cdot 100}\right) \cdot C \cdot 100,$$

где V_3 — объем раствора трилона Б, добавленный с избытком для связывания кальция и магния, см^3;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

V_4 — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см^3;

m — масса навески пробы, взятая для титрования в аликвотной части, г;

X — массовая доля окиси кальция, % (определяют по ГОСТ 2642.7—86);

C_1 — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см^3 окиси кальция;

C — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см^3 окиси магния.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси магния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1,0 до 2,5 включ.	0,10
Св. 2,5 » 5,0 »	0,15
» 5,0 » 10,0 »	0,20
» 10,0 » 20,0 »	0,30
» 20,0 » 50,0 »	0,4
» 50,0 » 98,0 »	0,5

3. МЕТОД ПРЯМОГО КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ МАГНИЯ В ХРОМСОДЕРЖАЩИХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси магния от 1 до 45%)

3.1. **Сущность метода**

Метод основан на комплексонометрическом титровании при pH 10 в присутствии индикатора метилтимолового синего (или эриохром черного Т), суммарной массы окисей магния и кальция. Массовую долю окиси магния вычисляют по разности суммарной массовой доли окисей кальция и магния и массовой доли окиси кальция.

3.2. **Реактивы и растворы**

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1.

Раствор аммиачный буферный pH 10: 70 г хлористого аммония смешивают с 570 см³ аммиака и разбавляют водой до 1000 см³.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79.

Триэтаноламин, разбавленный 1:3; неочищенный триэтаноламин, имеющий бурую окраску, очищают следующим образом: 100 см³ триэтаноламина 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 триэтаноламина отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 2—3 раза спиртом и высушивают на воздухе.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Индикатор эриохром черный Т: 0,1 г индикатора смешивают с 10 г хлористого натрия.

Индикатор метилтимоловый синий: 0,1 г индикатора смешивают с 10 г хлористого калия.

Магний металлический 99,99.

Стандартный раствор окиси магния молярной концентрации 0,025 моль/дм³; 0,6080 г металлического магния (предварительно обработанного раствором соляной кислоты (1:9) и высушенного) помещают в стакан вместимостью 40 см³ и растворяют при нагревании в 20 см³ соляной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси магния (C_1) 0,001008 г/см³ (коэффициент пересчета с металлического магния на окись магния равен 1,6575).

Приготовление стандартного раствора окиси магния допускается проводить по п. 2.2.

Остальные реактивы и растворы — по ГОСТ 2642.7—86, разд. 3.

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают по стандартному раствору окиси магния.

Для установки массовой концентрации раствора трилона Б отбирают из бюретки 50 см³ стандартного раствора окиси магния в стакан вместимостью 600 см³, нейтрализуют раствором аммиака, добавляют 0,3 г гидроксиламина солянокислого, 2—5 см³ раствора триэтаноламина, 20 см³ буферного раствора и разбавляют водой до 100 см³. После добавления 0,1—0,2 г смеси индикатора эриохром черного Т с хлористым натрием винно-красный раствор титруют раствором трилона Б до синего окрашивания. В случае применения смеси индикатора метилтимолового синего с хлорис-

тым калием раствор титруют до изменения синей окраски в серую.

Массовую концентрацию 0,025 моль/дм^3 раствора трилона Б по окиси магния (C) в г/см^3 вычисляют по формуле

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

где V — объем стандартного раствора окиси магния, см^3;

C_1 — массовая концентрация стандартного раствора, г/см^3 окиси магния;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

Теоретическая массовая концентрация раствора трилона Б молярной концентрации 0,025 моль/дм^3 по окиси магния равна 0,001008.

3.3. **Проведение анализа**

Для определения суммарной массовой доли окисей кальция и магния аликвотную часть исходного раствора, полученного по ГОСТ 2642.7—86, равную 50 см^3, переносят в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют 0,3 г гидроксиламина солянокислого, 2—5 см^3 раствора триэтаноламина, 20 см^3 буферного раствора и 0,1—0,2 г смеси эриохром черного Т с хлористым натрием. Винно-красный раствор титруют раствором трилона Б до синего окрашивания. В случае применения индикаторной смеси метилтимолового синего с хлористым калием раствор титруют до изменения синей окраски в серую.

Для определения суммы окисей кальция и магния можно использовать фильтрат после отделения двуокиси кремния и гидроокисей, полученный по ГОСТ 2642.4—86 или ГОСТ 2642.7—86. В этом случае используют весь фильтрат и анализ проводят, как указано выше.

3.4. **Обработка результатов**

3.4.1. Массовую долю окиси магния (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_2 \cdot C \cdot V_3}{m \cdot V_4} \cdot 100 - 0{,}719 \cdot X,$$

где V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы окисей кальция и магния, см^3;

C — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см^3 окиси магния;

V_3 — объем исходного раствора, см^3;

m — масса навески, г;

V_4 — объем аликвотной части исходного раствора, см^3;

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

X — массовая доля окиси кальция, % (определяют по ГОСТ 2642.7—86).

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси магния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 10,0 включ.	0,15
Св. 10,0 » 25,0 »	0,30
» 25,0 » 45,0 »	0,4
» 45,0	0,5

4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ МАГНИЯ В КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ И КАРБИДКРЕМНИЕВЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси магния до 3%)

4.1. Массовую долю окиси магния определяют по ГОСТ 13997.9—84, разд. 4, используя навеску массой 0,25 г.

4.2. Для анализа используют исходный раствор, полученный по ГОСТ 2642.3—86, разд. 8, а для анализа карбидкремниевых материалов — исходный раствор, полученный по ГОСТ 10153—70.

4.3. Для титрования применяют раствор трилона Б с молярной концентрацией 0,01 моль/дм^3.

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ МАГНИЯ В ОГНЕУПОРНЫХ КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ 80% И БОЛЕЕ

(при массовой доле окиси магния до 10%)

5.1. **Сущность метода**

Метод основан на разложении пробы смесью фтористоводородной и хлорной кислот и измерении атомной абсорбции магния в пламени ацетилен—воздух при длине волны 285,2 нм.

5.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для магния.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Кислота хлорная.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Магний металлический 99,99.

Окись лантана.

8-Оксихинолин по ГОСТ 5847—76.

Стандартный раствор окиси магния: 0,6032 г магния растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 2000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси магния 0,0005 г/см³ (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор: 20 см³ раствора А отмеряют пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией окиси магния 0,00001 г/см³ (раствор Б).

Добавочный раствор: 11,7 г окиси лантана и 100 г оксихинолата растворяют в 1000 см³ раствора соляной кислоты.

5.3. **Проведение анализа**

5.3.1. В платиновый тигель помещают навеску пробы массой 0,2 г (при предполагаемой массовой доле окиси магния свыше 3% применяют навеску массой 0,1 г), добавляют 3 см³ хлорной кислоты, 10 см³ раствора фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха на песчаной бане.

После охлаждения растворяют содержимое тигля в стакане вместимостью 250 см³ в 20 см³ раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки, перемешивают.

Из этого раствора отмеряют пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³ аликвотную часть, содержащую не более 0,0005 г окиси магния, добавляют 10 см³ добавочного раствора, доливают до метки и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию одновременно в растворе пробы, растворах для построения градуировочного графика и растворе контрольного опыта при длине волны 285,2 нм.

5.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют пипеткой 5; 10; 20; 30; 40 и 50 см³ градуировочного стандартного раствора Б, что соответствует 0,000050; 0,000100; 0,000200; 0,000300; 0,000400 и 0,000500 г окиси магния. Во все колбы прибавляют пипеткой по 10 см³ добавочного раствора, колбы доливают до метки водой и перемешивают. Далее поступают, как указано в п. 5.3.1. По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям окиси магния в г/см³ строят градуировочный график.

5.4. **Обработка результатов**

5.4.1. Массовую долю окиси магния (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(C - C_1) \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — массовая концентрация окиси магния в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_1 — массовая концентрация окиси магния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — общий объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси магния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 0,5 включ.	0,08
Св. 0,5 » 1,0 »	0,10
» 1,0 » 2,5 »	0,15
» 2,5 » 5,0 »	0,25
» 5,0 » 10,0 »	0,35

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ МАГНИЯ В ОГНЕУПОРНОМ СЫРЬЕ, КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ, АЛЮМОСИЛИКАТНЫХ И ГЛИНОЗЕМИСТЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси магния от 0,1 до 10%)

6.1. **Сущность метода**

Метод основан на разложении пробы смесью фтористоводородной и серной кислот и измерении атомной абсорбции магния в пламени воздух—ацетилен при длине волны 285,2 нм.

6.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для магния.

Магния окись по ГОСТ 4526—75.

Стандартный раствор окиси магния с массовой концентрацией окиси магния 0,001 г/см³: 1 г окиси магния, прокаленной при (950±50) °С до постоянной массы, растворяют в 40 см³ соляной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки, перемешивают (раствор А).

Стандартный раствор окиси магния с массовой концентрацией окиси магния 0,000025 г/см³: 5 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки, перемешивают (раствор Б).

6.2.1. Приготовление серии градуировочных стандартных растворов окиси магния

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0 см³ стандартного раствора Б окиси магния, что соответствует 0,000025; 0,000050; 0,000075; 0,000100; 0,000150; 0,000200; 0,000250; 0,000300; 0,000350 и 0,000400 г окиси магния. К растворам добавляют по 5 см³ раствора лантана, доливают до метки водой, перемешивают.

6.3. **Проведение анализа**

6.3.1. Подготовку исходного раствора проводят по ГОСТ 2642.7—86, разд. 6.

6.3.2. Аликвотная часть фильтрата в зависимости от предполагаемой массовой доли окиси магния указана в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля окиси магния, %	Аликвотная часть раствора, см³
От 0,1 до 0,8	10
Св. 0,8 » 1,5	5
» 1,5 » 10	2

Аликвотную часть фильтрата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора лантана, доливают до метки водой, перемешивают.

Измеряют абсорбцию магния при длине волны 285,2 нм в воздушно-ацетиленовом пламени.

6.4. **Обработка результатов**

6.4.1. Обработку результатов проводят по ГОСТ 2642.7—86, разд. 6.

6.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля окиси магния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,10 до 0,20 включ.	0,02
Св. 0,20 » 0,50 »	0,04
» 0,50 » 1,0 »	0,10
» 1,0 » 2,0 »	0,15
» 2,0 » 5,0 »	0,20
» 5,0 » 10,0 »	0,30

7. УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ПРЯМОГО КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ МАГНИЯ В МАГНЕЗИАЛЬНЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси магния от 50 до 98%)

7.1. Сущность метода

Метод основан на определении окиси магния комплексонометрическим титрованием с эриохром черным Т в качестве индикатора.

7.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 1:3.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72 и раствор 100 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:4.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор 200 г/дм^3, хранят в полиэтиленовом сосуде.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Индикатор эриохром сине-черный Р.

Индикатор эриохром черный Т.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора эриохром сине-черного Р растирают в фарфоровой ступке с 30 г хлористого натрия.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора эриохром черного Т растирают в фарфоровой ступке с 10 г хлористого натрия.

Аммиачный буферный раствор с pH 10: 54 г хлористого аммония растворяют в воде, добавляют 350 см^3 раствора аммиака и доводят водой до 1000 см^3.

Индикаторная бумага конго.

Триэтаноламин, разбавленный 1:1; если раствор имеет бурую окраску, его очищают по п. 3.2.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор молярной концентрации 0,05 и 0,0125 моль/дм^3.

Магний сернокислый по ГОСТ 4523—77, х.ч. или окись магния по ГОСТ 4526—75, х.ч.

Стандартный раствор окиси магния с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3, готовят по п. 2.2.

7.2.1. Массовую концентрацию раствора трилона Б по окиси магния устанавливают по стандартному раствору окиси магния.

Аликвотную часть стандартного раствора окиси магния помещают в коническую колбу вместимостью 300 см^3, приливают 20 см^3 буферного раствора и разбавляют водой до 100 см^3. Добавляют 0,15—0,2 г индикаторной смеси эриохром черного Т и титруют раствором трилона Б до перехода малиновой окраски в синюю. Для улучшения контрастности изменения цвета добавляют 2—3 см^3 раствора триэтаноламина (1:1).

Для определения массовой концентрации раствора трилона Б по окиси магния проводят не менее трех титрований.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C) в г/см^3 по окиси магния вычисляют по формуле

$$C = \frac{V \cdot C_2}{V_1},$$

где V — объем аликвотной части стандартного раствора окиси магния, см^3;

C_2 — массовая концентрация стандартного раствора, г/см^3 окиси магния;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

7.3. **Проведение анализа**

Навеску материала массой 0,1 г, взятую в стакан вместимостью 100 см^3, растворяют в 15 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), выпаривают до объема 1,5—2 см^3 на электроплитке закрытого типа.

Добавляют в стакан 30 см^3 горячей воды, 2—3 см^3 раствора хлористого аммония, раствор кипятят и осторожно, по каплям, добавляют раствор аммиака, осаждают гидроокиси железа и алюминия. Полноту осаждения контролируют по бумаге конго. Затем раствор снова кипятят и отфильтровывают осадок на фильтр «красная лента». Небольшим количеством горячей воды обмывают стакан 3—4 раза, осадок на фильтре промывают 5—6 раз.

Полученный фильтрат объемом около 100 см^3 подогревают до кипения, добавляют 10 см^3 раствора гидроокиси калия, 0,2 г индикаторной смеси эриохром сине-черного и титруют кальций раствором 0,0125 моль/дм^3 трилона Б до перехода окраски из малиновой в голубую.

В оттитрованный раствор добавляют раствор соляной кислоты (1:1) до полного растворения гидрата окиси магния (изменение цвета бумаги конго до синего). Добавляют 10 см^3 аммиачного буферного раствора, 0,2 г индикаторной смеси эриохром черного и титруют магний раствором 0,05 моль/дм^3 трилона Б до перехода окраски из малиновой в синюю. Для усиления контрастности изменения цвета добавляют 2—3 см^3 раствора триэтаноламина (1:1).

Допускается определение магния из суммы окисей кальция и магния при подготовке исходного раствора из навески массой 0,1 г по п. 3.3.

7.4. **Обработка результатов**

7.4.1. Массовую долю окиси магния (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{V_2 \cdot C}{m} \cdot 100,$$

где V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование магния, см^3;

C — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см^3 окиси магния;

m — масса навески, г.

7.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Изменение № 1 ГОСТ 2642.8—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси магния

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 07.02.92 № 118

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта изложить в новой редакции: **«Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения окиси магния**

Refractories and refractory raw materials. Methods for the determination magnesium oxide».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначения: **(СТ СЭВ 2220—80, СТ СЭВ 4550—84, СТ СЭВ 4551—84).**

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземо-известковые, высокомагнезиальные, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные, известково-периклазовые и карбидкремниевые и устанавливает методы определения окиси магния:

комплексонометрические при массовых долях окиси магния от 0,5 до 99 %, от 1 до 45 % для хромсодержащих, до 3 % для кремнеземистых и карбидкремниевых;

атомно-абсорбционные при массовых долях окиси магния до 10 % для кремнеземистых огнеупоров и от 0,1 до 10 % для огнеупорного сырья, кремнеземистых, алюмосиликатных и глиноземистых огнеупоров»;

второй абзац исключить.

Раздел 2. Наименование изложить в новой редакции: **«2. Комплексонометрический метод определения окиси магния (при массовой доле окиси магния от 0,5 до 99 %)».**

Пункт 2.2. Заменить слова: «раствор 2 г/дм³» на «раствор с массовой долей 0,2 %»;

дополнить абзацами (после седьмого): «Индикатор эриохром черный Т.

Индикаторная смесь: 0,1 г эриохром черного растирают в фарфоровой ступке с 10 г хлористого натрия».

Пункт 2.3. Заменить слова: «раствор 4» на «разд. 3»;

дополнить абзацем: «Допускается проводить определение массовой доли суммы окисей магния и кальция методом прямого комплексонометрического титрования с индикатором эриохром черным Т. Для этого к аликвотной части раствора, нагретой до температуры 50—60 °С, приливают 10 см³ раствора аммиака, добавляют около 0,2 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из малиновой в синюю».

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси магния приведены в таблице.

Массовая доля окиси магния, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %			
	Δ	d_k	d_a	δ
От 0,1 до 0,2 включ.	0,04	0,05	0,04	0,03
Св. 0,2 » 0,5 »	0,06	0,08	0,06	0,04
» 0,5 » 1 »	0,08	0,10	0,08	0,05
» 1 » 2 »	0,09	0,12	0,10	0,06
» 2 » 5 »	0,14	0,20	0,15	0,10
» 5 » 10 »	0,20	0,25	0,20	0,15
» 10 » 20 »	0,3	0,4	0,3	0,2
» 20 » 50 »	0,5	0,6	0,5	0,3
» 50 » 99 »	0,6	0,7	0,6	0,4

(Продолжение см. с. 132)

Раздел 3. Наименование. Заменить слова: **«Метод прямого комплексонометрического титрования магния»** на **«Комплексонометрический метод определения окиси магния».**

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли окиси магния приведены в табл. 1».

Пункт 5.2. Восьмой абзац. Заменить ссылку: «по ГОСТ 5847—76» на «по НТД».

Пункты 5.4.2, 6.4.2 изложить в новой редакции: «5.4.2 (6.4.2). Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси магния приведены в таблице».

Раздел 7. Наименование. Заменить слово и значение: **«магнезиальных»** на **«высокомагнезиальных и магнезиально-известковых»**; 50 на 10.

Пункт 7.2. Заменить слова: «раствор 100 г/дм³» на «раствор с массовой долей 10 %»; «раствор 200 г/дм³» на «раствор с массовой долей 20 %»;

дополнить абзацами (после девятого): «Свинец азотно-кислый по ГОСТ 4236—77.

Индикатор ксиленоловый оранжевый.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора ксиленолового оранжевого растирают в фарфоровой ступке с 10 г хлористого натрия».

Раздел 7 дополнить пунктом — 7.2.2: «7.2.2. Массовую концентрацию раствора трилона Б по окиси магния допускается устанавливать по азотно-кислому свинцу.

В коническую колбу вместимостью 300 см³ помещают точную навеску массой 0,2—0,3 г свинца азотно-кислого, добавляют 100 см³ воды, нагретой до температуры 50—60 °С, 10 см³ буферного раствора с pH 4,8—5,0, 0,2 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из малиновой в желтую. Проводят не менее трех титрований.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C_1), выраженную в г/см³ окиси магния, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{m \cdot 40,305}{V_2 \cdot 331,21},$$

где m — масса навески свинца азотно-кислого, г;

40,305 — молекулярная масса окиси магния, г;

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

331,21 — молекулярная масса азотно-кислого свинца, г».

Пункт 7.4.2 изложить в новой редакции: «7.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси магния приведены в таблице».

Стандарт дополнить разделом — 8:

«8. Комплексонометрический метод определения окиси магния в высокомагнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле окиси магния от 50 до 99 %)

8.1. Определение массовой доли окиси магния проводят по ГОСТ 24523.5—80.

8.2. Допускается применять аликвотную часть раствора, полученного по ГОСТ 2642.3—86 (разд. 3).

8.3. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси магния приведены в таблице».

(ИУС № 5 1992 г.)