

## МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

## Методы определения окиси магния

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

ОКСТУ 1509

ГОСТ

2642.8—86

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

Взамен

ГОСТ 2642.8—81

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 карбид-кремниевые и устанавливает методы определения окиси магния: комплексометрические методы (при массовой доле окиси магния от 1 до 98 %) — для перечисленных типов огнеупорных материалов и изделий; комплексометрический метод для анализа огнеупорных материалов и изделий, содержащих хром и хромовые руды, при массовой доле окиси магния от 1 и более 45% и комплексометрический 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.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

## 2. МЕТОД ОБРАТНОГО КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКОГО 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 серноокислый 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<sup>3</sup>: 12,3245 г серноокислого магния растворяют в воде и переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси магния 0,002016 г/см<sup>3</sup> (C<sub>2</sub>).

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<sup>3</sup> раствора аммиака и доводят водой до 1000 см<sup>3</sup>.

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

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

Остальные реактивы и растворы — по ГОСТ 2642.7—86.

Устанавливают соотношение между растворами трилона Б и серноокислой меди: отмеряют бюреткой 10 см<sup>3</sup> раствора трилона Б в коническую колбу вместимостью 300 см<sup>3</sup>, прибавляют примерно 100 см<sup>3</sup> воды, 15—20 см<sup>3</sup> аммиачного буферного раствора с pH 10, 5—7 капель индикатора ПАН и титруют раствором серноокислой 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 серноокислой 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, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

2.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси магния

В коническую колбу вместимостью 300 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора окиси магния, приливают примерно 100 см<sup>3</sup> воды, 35 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 10—15 см<sup>3</sup> аммиачного буферного раствора с рН 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/см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>;

10 — объем аликвотной части стандартного раствора окиси магния, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

$K$  — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

$V_3$  — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см<sup>3</sup>.

### 2.3. Проведение анализа

Аликвотную часть раствора, полученного по ГОСТ 2642.7—86, равную 50 или 100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, прибавляют от 25 до 60 см<sup>3</sup> раствора трилона Б (в зависимости от суммарной массовой доли окисей кальция и магния), приливают 10—15 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$K$  — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

$V_4$  — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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<sup>3</sup> окиси кальция;

$C$  — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см<sup>3</sup> 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 КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ МАГНИЯ В ХРОМСОДЕРЖАЩИХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

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

### 3.1. Сущность метода

Метод основан на комплексометрическом титровании при рН 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 рН 10: 70 г хлористого аммония смешивают с 570 см<sup>3</sup> аммиака и разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup>.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79.

Триэтаноламин, разбавленный 1:3; неочищенный триэтанол-амин, имеющий бурую окраску, очищают следующим образом: 100 см<sup>3</sup> триэтаноламина помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, охлаждают стакан в холодной воде и добавляют при помешивании 150 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>; 0,6080 г металлического магния (предварительно обработанного раствором соляной кислоты (1:9) и высушенного) помещают в стакан вместимостью 40 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси магния ( $C_1$ ) 0,001008 г/см<sup>3</sup> (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 см<sup>3</sup> стандартного раствора окиси магния в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>, нейтрализуют раствором аммиака, добавляют 0,3 г гидроксиламина солянокислого, 2—5 см<sup>3</sup> раствора триэтаноламина, 20 см<sup>3</sup> буферного раствора и разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup> раствора трилона Б по окиси магния (С) в г/см<sup>3</sup> вычисляют по формуле

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

где V — объем стандартного раствора окиси магния, см<sup>3</sup>;

C<sub>1</sub> — массовая концентрация стандартного раствора окиси магния, г/см<sup>3</sup>;

V<sub>1</sub> — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

Теоретическая массовая концентрация раствора трилона Б мольной концентрации 0,025 моль/дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, переносят в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, добавляют 0,3 г гидроксилamina солянокислого, 2—5 см<sup>3</sup> раствора триэтанолamina, 20 см<sup>3</sup> 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 гидроксидов, 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<sub>2</sub>) 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<sub>2</sub> — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы окисей кальция и магния, см<sup>3</sup>;

C — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см<sup>3</sup> окиси магния;

V<sub>3</sub> — объем исходного раствора, см<sup>3</sup>;

m — масса навески, г;

V<sub>4</sub> — объем аликвотной части исходного раствора, см<sup>3</sup>;

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. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ 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<sup>3</sup>.

#### 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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 2000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси магния 0,0005 г/см<sup>3</sup> (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор: 20 см<sup>3</sup> раствора А отмеряют пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией окиси магния 0,00001 г/см<sup>3</sup> (раствор Б).

Добавочный раствор: 11,7 г окиси лантана и 100 г оксихинолата растворяют в 1000 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> хлорной кислоты, 10 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха на песчаной бане.

После охлаждения растворяют содержимое тигля в стакане вместимостью 250 см<sup>3</sup> в 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки, перемешивают.

Из этого раствора отмеряют пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> аликвотную часть, содержащую не более 0,0005 г окиси магния, добавляют 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> отмеряют пипеткой 5; 10; 20; 30; 40 и 50 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>;

$C_1$  — массовая концентрация окиси магния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — общий объем конечного раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы, соответствующая алиquotной 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/см<sup>3</sup>: 1 г окиси магния, прокаленной при (950±50) °С до постоянной массы, растворяют в 40 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки, перемешивают (раствор А).

Стандартный раствор окиси магния с массовой концентрацией окиси магния 0,000025 г/см<sup>3</sup>: 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки, перемешивают (раствор Б).

6.2.1. Приготовление серии градуировочных стандартных растворов окиси магния

В мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора В 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 см<sup>3</sup> 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, см <sup>3</sup>
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 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> 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 ОКСИ 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 комплексометрическим 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<sup>3</sup>.

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

Калия гидроксид по ГОСТ 24363—80, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>, 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 рН 10: 54 г хлористого аммония растворяют в воде, добавляют 350 см<sup>3</sup> раствора аммиака и доводят водой до 1000 см<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> буферного раствора и разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup> раствора триэтанолamina (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<sup>3</sup> по окиси магния вычисляют по формуле

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

где  $V$  — объем аликвотной части стандартного раствора окиси магния, см<sup>3</sup>;

$C_2$  — массовая концентрация стандартного раствора окиси магния, г/см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

### 7.3. Проведение анализа

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

Добавляют в стакан 30 см<sup>3</sup> горячей воды, 2—3 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, раствор кипятят и осторожно, по каплям, добавляют раствор аммиака, осаждают гидроксиды 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<sup>3</sup> подогревают до кипения, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора гидроксида калия, 0,2 г индикаторной смеси эриохром сине-черного и титруют кальций раствором 0,0125 моль/дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> аммиачного буферного раствора, 0,2 г индикаторной смеси эриохром черного и титруют магниевым раствором 0,05 моль/дм<sup>3</sup> трилона Б до перехода окраски из малиновой в синюю. Для усиления контрастности изменения цвета добавляют 2—3 см<sup>3</sup> раствора триэтанолamina (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<sup>3</sup>;

$C$  — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см<sup>3</sup> 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:

комплексометрические 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. Комплексометрический метод определения окиси магния (при массовой доле окиси магния от 0,5 до 99 %)».

Пункт 2.2. Заменить слова: «раствор 2 г/дм<sup>3</sup>» 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 комплексометрического титрования с индикатором эриохром черным Т. Для этого к аликвотной части раствора, нагретой до температуры 50—60 °С, приливают 10 см<sup>3</sup> 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, %			
	$\Delta$	$d_k$	$d_s$	$\delta$
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 «высокомagneзиальных и магнезиально-известковых»; 50 на 10.

Пункт 7.2. Заменить слова: «раствор 100 г/дм<sup>3</sup>» на «раствор с массовой долей 10 %»; «раствор 200 г/дм<sup>3</sup>» 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 растаивают 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-кислomu свинцу».

В коническую колбу вместимостью 300 см<sup>3</sup> помещают точную навеску массой 0,2—0,3 г свинца азотно-кислого, добавляют 100 см<sup>3</sup> воды, нагретой до температуры 50—60 °С, 10 см<sup>3</sup> буферного раствора с рН 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/см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

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.)