

СИЛИКОКАЛЬЦИЙ

Метод определения кальция

Silicocalcium.
Method for the determination of calcium

ГОСТ

14858.6—91

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический метод определения кальция при его массовой доле от 8 до 40%.

Метод основан на растворении пробы в кислотах, отделении железа и алюминия при помощи уротропина и титровании кальция раствором трилона Б в присутствии флуорексона и тимолфталена при pH более 12.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 25207.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 1:1, 1:3, 1:100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота хлорная ρ 1,5 г/см³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор 200 г/дм³; раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Уротропин, раствор 250 г/дм³.

Флуорексон, индикатор.

Тимолфтален, индикатор.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Смесь индикаторов: 1 весовую часть флуорексона, 1 весовую часть тимолфталена и 100 весовых частей хлорида калия растирают в ступке и тщательно перемешивают.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, высушенный перед применением в течение 1 ч при температуре $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ и охлажденный в эксикаторе.

Стандартный раствор кальция: 2,4973 г карбоната кальция помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 30 см³ воды и по каплям раствор соляной кислоты 1:1 до полного растворения соли. Раствор разбавляют водой до 100 см³, нагревают и кипятят в течение 3—4 мин, затем охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки свежепрокипяченной и охлажденной водой и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,001 г кальция.

Массовую концентрацию стандартного раствора кальция устанавливают гравиметрическим методом.

Соль динатриевая этилендиамина — N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор: 18,6 г трилона Б растворяют в 300 см³ воды, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки, перемешивают и хранят в полиэтиленовом сосуде.

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают следующим образом: отбирают 50,0 см³ стандартного раствора кальция в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 50 см³ воды, 20 см³ раствора гидроксида калия и около 0,1 г смеси индикаторов. Раствор титруют раствором трилона Б до исчезновения зеленой флуоресценции.

Массовую концентрацию трилона Б (c), выраженную в г/см³ кальция, вычисляют по формуле

$$c = \frac{m_1}{V - V_1},$$

где m_1 — масса кальция, содержащаяся в 50 см³ стандартного раствора, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование стандартного раствора кальция, см³;

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску пробы массой 0,25 г помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, добавляют 10 см³ азотной кислоты, перемешивают и осторожно по каплям добавляют 10 см³ фтористоводородной кислоты, затем после окончания бурной реакции приливают 10 см³ хлорной кислоты, нагревают и выпаривают раствор до выделения густых паров хлорной кислоты. После охлаждения чашки обмывают ее стенки водой, добавляют 10 см³ хлорной кислоты и выпаривают досуха. Затем добавляют 10 см³

соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Остаток охлаждают, растворяют в 10 см³ соляной кислоты и 50 см³ воды и раствор умеренно нагревают. При наличии нерастворимого остатка раствор фильтруют через фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, и промывают его 10—15 раз горячим раствором соляной кислоты 1:100. Раствор пробы и промывные растворы собирают в стакан вместимостью 400—500 см³ (раствор А).

Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 700—800 °С. Остаток в тигле сплавляют с 2 г карбоната натрия при температуре 1000 °С.

Тигель охлаждают, плав выщелачивают 30—40 см³ раствора соляной кислоты 1:3 и полученный раствор присоединяют к раствору А. Общий объем раствора должен быть около 200 см³.

Полученный раствор нагревают до температуры 50 °С и добавляют осторожно раствор аммиака до появления небольшого осадка гидроксидов. Осадок растворяют, добавляя по каплям раствор соляной кислоты (1:1) без избытка, затем приливают 20 см³ раствора уротропина, нагревают и оставляют на 10—15 мин при температуре 80—90 °С. Раствор охлаждают и вместе с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата. Из полученного фильтрата отбирают 200 см³ в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 40 см³ раствора гидроксида калия, 0,1 г смеси индикаторов и титруют раствором трилона Б до исчезновения зеленой флуоресценции.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_2 - V_3) \cdot c \cdot 100}{m},$$

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

V_3 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

c — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см³ кальция;

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

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли кальция приведены в таблице.

Массовая доля кальция, %	Погрешность результатов анализа Δ , %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях d_k	двух параллельных определений d_1	трех параллельных определений d_2	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 8 до 10 включ.	0,2	0,3	0,2	0,3	0,1
Св. 10 » 20 »	0,3	0,4	0,3	0,4	0,2
» 20 » 40 »	0,4	0,5	0,4	0,5	0,3

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, Л. М. Клейнер, В. П. Глухова, С. И. Ахманаев, Г. И. Гусева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 02.10.91 № 1578

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14858.6—81

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 83—79	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4234—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4530—76	2
ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 24363—80	2
ГОСТ 25207—85	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1