



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПЕСКИ ФОРМОВОЧНЫЕ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА КАЛЬЦИЯ
ГОСТ 29234.8—91

Издание официальное

12 р. 30 к. БЗ 4—92/376



КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

ПЕСКИ ФОРМОВОЧНЫЕ**Метод определения оксида кальция**Moulding sands. Method for determination
of calcium oxide**ГОСТ****29234.8—91**

ОКСТУ 4191

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт распространяется на формовочные пески на основе кварца, применяемые в литейном производстве в качестве формовочного материала при изготовлении литейных форм и стержней, и устанавливает комплексонометрический метод определения оксида кальция.

Метод основан на прямом комплексонометрическом титровании ионов кальция раствором трилона Б с использованием в качестве индикатора кислотного хромтемно-синего или смеси флуорексона с тимолфталейном.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу испытания — по ГОСТ 29234.0.

2. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

2.1. Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 1000—1100°C.

Чашки платиновые № 118—3 по ГОСТ 6563.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:5.

Уротропин по ГОСТ 1381, растворы 200 и 10 г/дм³.

Калий пироксернистый по ГОСТ 7172.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор 300 г/дм³ — хранят в полиэтиленовом сосуде.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Триэтанолламин, разбавленный 1:3, способ очистки по ГОСТ 24523.4.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Индикатор малахитовый зеленый, спиртовой раствор 2 г/дм³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773 и раствор 250 г/дм³.

Индикаторная бумага конго.

Соль динатриевая этилендиамина — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, растворы молярной концентрации эквивалента 0,025 моль/дм³.

Индикатор флуорексон.

Индикатор тимолфталенин.

Индикаторная смесь: 0,1 г флуорексона и 0,1 тимолфталенина растирают в фарфоровой ступке с 20 г хлористого калия.

Индикатор кислотный хромтемно-синий.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора кислотного хромтемно-синего растирают в фарфоровой ступке с 10 г хлористого калия.

Калий углекислый по ГОСТ 4530, раствор 0,05 моль/дм³.

Стандартный раствор оксида кальция: 5,00044 г углекислого кальция, высушенного при температуре $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ до постоянной массы, осторожно растворяют в стакане в 30 см³ соляной кислоты (1:1).

Углекислый газ удаляют кипячением. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой, перемешивают (раствор А).

Концентрацию стандартного раствора А оксида кальция (с) в г/см³ оксида кальция вычисляют по формуле

$$c = \frac{56,08 \cdot 0,05}{1000},$$

где 56,08 — молекулярная масса окиси кальция, г;

0,05 — молярность стандартного раствора оксида кальция.

2.2. Установка концентрации раствора трилона Б по оксиду кальция.

В коническую колбу вместимостью 300 см³ отмеряют пипеткой 10 см³ стандартного раствора А оксида кальция, прибавляют 100 см³ воды, 1—2 капли раствора индикатора малахитового зеленого, нейтрализуют раствором гидроксида калия до обеспечения раствора, затем добавляют в избыток 20 см³ этого раствора для установления рН 12—13.

Добавляют 0,1—0,15 г индикаторной смеси кислотного хромтемно-синего и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из сиреневой в синюю. В случае использования индикаторной смеси флуорексон с тимолфталенином титруют до перехода флуоресцирующей зеленой окраски в фиолетовую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (c_1) в г/см³ оксида кальция вычисляют по формуле

$$c_1 = \frac{10 \cdot c}{V},$$

где c — массовая концентрация стандартного раствора, г/см³ оксида кальция;

10 — объем стандартного раствора оксида кальция, см³;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску материала массой 0,5 г в платиновой чашке помещают в муфельную печь, выдерживают 10—15 мин при температуре 1000°C и охлаждают. Затем смачивают водой, приливают 10—15 см³ фтористоводородной кислоты и 5 см³ серной кислоты, выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты и охлаждают.

Если материал полностью не разложился, еще приливают 10—15 см³ фтористоводородной кислоты и повторно выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты, охлаждают. Сухой остаток в чашке сплавляют с 2—3 г пиросульфата калия. Плав растворяют в соляной кислоте (1:5) при нагревании, переносят в стакан вместимостью 250 см³ и упаривают до объема 100 см³. Затем добавляют 1,0 г хлористого аммония, нейтрализуют аммиаком до перехода окраски бумаги конго в сиреневый цвет (рН 1—2), приливают 15—20 см³ раствора уротропина 200 г/дм³ и выдерживают в течение 10 мин на электроплитке при температуре не выше 70°C. Осадку дают отстояться и фильтруют горячим через фильтр «красная лента» в мерную колбу вместимостью 250 см³, промывают осадок 5—7 раз горячим раствором уротропина 10 г/дм³ и доливают водой до метки. Полученный раствор используют для определения оксида кальция и магния.

3.2. Для определения массовой доли оксида кальция в стакан вместимостью 250 см³ помещают аликвоту 100 см³, доливают водой до объема 150 см³, прибавляют 1—2 капли раствора малахитового зеленого, раствора гидроксида калия до обеспечения и еще избыток 8—10 см³ (рН раствора 12,0—13,0), затем добавляют 0,1—0,15 г индикаторной смеси кислотного хромтемносинего и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из сиреневой в синюю. В случае использования индикаторной смеси флуорексона с тимолфталейном титруют до перехода флуоресцирующей зеленой окраски раствора в фиолетовую.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{V_1 \cdot c_1 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot V_2 \cdot 2},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

c_1 — концентрация раствора трилона Б, г/см³ оксида кальция;

250 — объем исходного раствора, см³;

m — масса навески, г;

V_2 — объем аликвоты раствора, см³.

4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,3% при содержании оксида кальция до 2% и 0,5% — при содержании оксида кальция более 2%. Если расхождение превышает указанные значения, испытание повторяют еще один раз.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН ТК 252 «Литейное производство»

РАЗРАБОТЧИКИ

Н. Н. Кузьмин, И. А. Титова, Э. Л. Отрошенко (руководитель темы), Т. М. Мореева, Н. А. Рыкова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 28.12.91 № 2262

3. Срок первой проверки — 1998 г.
Периодичность проверки — 5 лет

4. ВВЕДЕН ВЗАМЕН ГОСТ 23409.1—78 в части формовочных песков и определения кальция

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1381—73	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 3760—79	2.1
ГОСТ 3773—72	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4234—77	2.1
ГОСТ 4530—76	2.1
ГОСТ 6563—75	2.1
ГОСТ 7172—76	2.1
ГОСТ 10484—78	2.1
ГОСТ 10652—73	2.1
ГОСТ 18300—87	2.1
ГОСТ 24363—80	2.1
ГОСТ 24523.4—80	2.1
ГОСТ 29234.0—91	1.1

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *И. Л. Асауленко*

Сдано в наб. 17.03.92 Подп. и печ. 20.07.92 Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,31.
Тираж 714 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123857, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тиз. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1087