

ФЕРРОСИЛИЦИЙ

Методы определения кальция

Издание официальное



Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 008 «Ферросплавы»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15 апреля 1994 г. (отчет Технического секретариата № 2)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 26 июня 2001 г. № 247-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13230.8—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2002 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13230.8—81

© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Редактор *Л.И. Нахимова*
 Технический редактор *О.Н. Власова*
 Корректор *Р.А. Ментова*
 Компьютерная верстка *О.В. Арсеевой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 12.11.2001. Подписано в печать 26.11.2001. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,80.
 Тираж 319 экз. С 2975. Зак. 1087.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062, Москва, Лялин пер., 6.
 Плр № 080102

ФЕРРОСИЛИЦИЙ**Методы определения кальция**

Ferrosilicon. Methods for determination of calcium

Дата введения 2002—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения кальция в ферросилиции: атомно-абсорбционный (при массовой доле кальция от 0,02 % до 1,2 %) и комплексонометрический (при массовой доле кальция от 0,5 % до 1,2 %).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 1381—73 Уротропин технический. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
- ГОСТ 4140—74 Стронций хлористый 6-водный. Технические условия
- ГОСТ 4142—77 Кальций азотнокислый 4-водный. Технические условия
- ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия
- ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия
- ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 4530—76 Кальций углекислый. Технические условия
- ГОСТ 5712—78 Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия
- ГОСТ 5962—67* Спирт этиловый ректификованный. Технические условия
- ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
- ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамина-N, N, N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)
- ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
- ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
- ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
- ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия
- ГОСТ 24991—81 Феррохром, ферросиликохром, ферросилиций, ферросиликомарганец, ферромарганец. Методы отбора и подготовки проб для химического и физико-химического анализов

*На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

ГОСТ 28473—90 Чугун, сталь, ферросплавы, хром, марганец металлические. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

3.2 Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 24991.

4 Атомно-абсорбционный метод

4.1 Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции кальция в пламени закиси азота-ацетилен при длине волны 422,7 нм. Атомизацию проводят из солянокислых растворов.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или по ГОСТ 11125.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота хлорная плотностью 1,5 г/см³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или по ГОСТ 14261 и раствор 1:1.

Железо металлическое.

Раствор железа 20 г/дм³: 20 г железа растворяют при нагревании в 40 см³ соляной кислоты, приливают 5 см³ азотной кислоты, раствор кипятят до удаления оксидов азота. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, раствор: 95 г хлористого калия растворяют в 400 см³ воды при перемешивании, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают. Хранят в сосуде из полиэтилена.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, растворы 40 и 1 г/дм³.

Метиловый оранжевый, индикатор, раствор 1 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 или по ГОСТ 24147.

Стронций хлористый по ГОСТ 4140, раствор: 152 г хлористого стронция растворяют в 400 см³ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают. Хранят в сосуде из полиэтилена.

Кальций азотнокислый по ГОСТ 4142 или оксид кальция.

Стандартные растворы кальция.

Раствор А: 5,9 г азотнокислого кальция растворяют в 30 см³ раствора соляной кислоты и 50 см³ воды при нагревании, затем раствор фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Фильтр промывают водой и отбрасывают, раствор доливают водой до метки и перемешивают.

Или: 1,4 г оксида кальция, предварительно прокаленного при температуре 850 °С, растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты при нагревании. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация кальция в растворе А приблизительно равна 0,001 г/см³.

Для установления массовой концентрации кальция аликвотную часть раствора А, равную 50,0 см³, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 200 см³ горячей воды, 50 см³ горячего раствора щавелевокислого аммония 40 г/дм³, нагревают до кипения и нейтрализуют раствор аммиаком, прибавляя его по каплям при перемешивании, по индикатору метиловому оранжевому до изменения окраски индикатора, затем добавляют 1 см³ аммиака в избыток. Раствор с осадком кипятят 10 мин и оставляют на 12 ч. Затем осадок щавелевокислого кальция отфильтровывают на двойной плотный фильтр, промывают 6 — 8 раз холодным раствором щавелевокислого аммония 1 г/дм³. Фильтр с осадком помещают в тигель, предварительно прокаленный и взвешенный, осторожно озоляют и прокаливают при температуре 1000—1100 °С до постоянной массы.

Массовую концентрацию раствора кальция C , г/см³, вычисляют по формуле