

СИЛУМИН В ЧУШКАХ**Методы определения кальция**Aluminium-silicon alloy ingots.
Methods for determination of calcium**ГОСТ****1762.3-71**

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.73
до 01.07.95**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический, объемный комплексонометрический и атомно-абсорбционный методы определения кальция (при массовой доле кальция 0,03 до 0,30%).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 1762.0—71.

ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на осаждении кальция в виде оксалата после предварительного отделения мешающих элементов и превращения оксалата кальция в сульфат кальция.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1, 1:2, раствор с объемной долей 1%.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, растворы с массовой долей 30 и 1%.

Натрия фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 4172—76, раствор с массовой долей 10%.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 3%.

Издание официальное

★

Перепечатка воспрещена

431-95
34

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Метиловый красный, 0,1%-ный спиртовой раствор.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, насыщенный раствор и раствор с массовой долей 0,1%.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Бром по ГОСТ 4109—79, насыщенный раствор (бромная вода).

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, 0,05 н. раствор.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Гексаметилентетраамин (уротропин) технический по ГОСТ 1381—73, растворы с массовой долей 0,5 и 25%.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску силумина массой 3—5 г (в зависимости от содержания кальция) помещают в стакан вместимостью 500 см³, накрывают стакан часовым стеклом и приливают небольшими порциями 75—100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. После окончания бурной реакции раствор с осадком нагревают до полного разложения пробы. Затем обмывают стекло и стенки стакана горячей водой и фильтруют раствор через фильтр «синяя лента», собирая фильтрат в стакан вместимостью 500 см³. Осадок на фильтре промывают горячим раствором с массовой долей соляной кислоты 7%. Одновременно проводят 2—3 контрольных опыта. В раствор контрольного опыта прибавляют 4 см³ раствора хлорного железа, являющегося коллектором.

К фильтрату добавляют пять капель пероксида водорода, нагревают до кипения и при перемешивании приливают раствор с массовой долей гидроксида натрия 30% до полного растворения выпадающего осадка гидроксида алюминия и 5—10 см³ в избыток. К горячему раствору прибавляют 20 см³ раствора с массовой долей фосфата натрия 10% и продолжают нагревать еще в течение 5 мин при частом перемешивании. После этого раствор оставляют в теплом месте до коагуляции осадка (раствор с осадком может быть оставлен на ночь).

Осадок отфильтровывают на фильтр «синяя лента» и промывают его раствором с массовой долей гидроксида натрия, 1%, затем осадок смывают горячей водой с фильтра обратно в стакан, в котором проводилось осаждение. Оставшийся на фильтре осадок растворяют 20—25 см³ горячей соляной кислотой, разбавленной 1:2. Если присутствует марганец, то прибавляют несколько капель пероксида водорода. Фильтр промывают 4—5 раз горячей водой. Полученный раствор можно использовать для определения кальция гравиметрическим методом или объемным комплексонометрическим методом.

К раствору прибавляют 10 капель азотной кислоты и нагревают до кипения. Затем раствор нейтрализуют аммиаком до начала выпадения гидроксидов. Осадок растворяют соляной кислотой, разбавленной 1:1, приливаемой по каплям. Для выделения диоксида марганца приливают 50 см³ бромной воды. К раствору прибавляют 0,5 г хлористого аммония, 25 см³ раствора уротропина, с массовой долей 25% и нагревают в течение 20 мин для коагуляции осадка. Осадок фильтруют через фильтр «белая лента» в коническую колбу вместимостью 500 см³. Осадок промывают 6—8 раз теплым раствором уротропина с массовой долей 0,5%, смывая этим раствором стенки стакана.

Фильтрат выпаривают приблизительно до объема 10 см³, приливают после охлаждения 20 см³ азотной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают содержимое стакана вначале осторожно до удаления бурно выделяющихся окислов азота, а затем досуха. Оставшиеся соли растворяют в соляной кислоте, разбавленной 1:1, и обмывают стекло и стенки стакана горячей водой до получения прозрачного раствора. Нейтрализуют горячий раствор аммиаком до изменения окраски индикатора метилового красного и прибавляют одну каплю в избыток. Если есть осадок, его отфильтровывают через фильтр «белая лента». Фильтрат собирают в стакан вместимостью 150 см³. Стакан и фильтр промывают горячей водой.

К раствору объемом 75—80 см³ прибавляют несколько капель соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до кипения и приливают 10 см³ горячего насыщенного раствора щавелевокислого аммония. Затем при перемешивании прибавляют по каплям раствор аммиака до щелочной реакции и кипятят раствор до выпадения осадка, после чего отстаивают в теплом месте. Если необходимо, то прибавляют 1—2 капли аммиака и оставляют на 10—12 ч.

Осадок оксалата кальция отфильтровывают через фильтр «синяя лента», тщательно обмывают стакан и промывают осадок на фильтре холодным раствором с массовой долей щавелевокислого аммония 1%.

Фильтр с осадком помещают во взвешенный платиновый тигель, озоляют и прокаливают до полного выгорания угля фильтра. Осадок в тигле смачивают тремя каплями воды, прибавляют 3—4 капли азотной кислоты, затем 4—5 капель серной кислоты, разбавленной 1:1, и осторожно выпаривают досуха. Остаток в тигле прокаливают до постоянной массы при температуре 800°C, охлаждают в эксикаторе и взвешивают в виде сернокислого кальция.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 0,2944 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса осадка сульфата кальция, г;

m — масса навески силумина, г;

0,2944 — коэффициент пересчета сульфата кальция на кальций.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля кальция, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,03 доо 0,10 включ.	0,01	0,02
Св. 0,10 » 0,30 »	0,02	0,03

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Сущность метода состоит в комплексонометрическом определении кальция с кислотным хром темно-синим в качестве индикатора после предварительного отделения мешающих элементов.

5. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 30%.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, раствор с массовой долей 5%.

Бумага конго красный.

Кислотный хром темно-синий.

Соль динатриевая этилен диамина N, N, N', N' -тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм³ (0,025 М) готовят следующим образом: 9,30 г трилона Б растворяют в воде. Если раствор мутный, его фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, затем разбавляют водой до метки и перемешивают.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.