МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕ

## Методы определения диоксида циркония

ГОСТ 20300.3—90

Baddeleyite-corundum refractories.
Methods for determination of zirconium dioxide

МКС 81.080
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический и гравиметрический методы определения диоксида циркония (при массовой доле диоксида циркония не менее 32 %) в огнеупорных бадделеито-корундовых изделиях.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20300.1.

## 2. МЕТОД КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ

### 2.1. Сущность метода

Метод основан на титровании трилоном Б иона циркония с индикатором ксиленоловым оранжевым.

### 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Тигель платиновый № 100—8 по ГОСТ 6563.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172, х.ч. или ч.д.а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, растворы с массовой долей 10 и 25 %.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 2 %, к которому добавляют аммиак до слабощелочной реакции по метилроту.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Бумага конго красная.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 10 %.

Метиловый красный (метилрот) по ТУ 6—09—5169, спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Индикатор ксиленоловый оранжевый, водный раствор с массовой долей 0,2 %.

Цирконий азотнокислый, стандартный раствор; готовят следующим образом: 0,2 г х.ч. азотнокислого циркония растворяют в 100—150 $см^3$ дистиллированной воды, фильтруют раствор через фильтр «белая лента», добавляют 90 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, разбавляют водой до объема 1 $дм^3$ и тщательно перемешивают.

Точную концентрацию раствора устанавливают гравиметрическим способом. Для этого отбирают бюреткой в три стакана вместимостью по 350—400 $см^3$ соответственно 15, 20, 25 $см^3$ раствора. Добавляют в каждый стакан 3 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и разбавляют водой до 100 $см^3$, нагревают растворы до кипения, прибавляют по 2—4 капли спиртового раствора метилрота и подщелачивают раствором аммиака с массовой долей 10 % до появления желтого цвета. Затем кипятят 1—2 мин при энергичном перемешивании стеклянной палочкой и ставят стакан на теплую баню на 15—20 мин для коагуляции осадка гидроокисей. Отфильтровывают осадки гидроокисей циркония на фильтр «белая лента» и промывают горячим раствором азотнокислого аммония до

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена



gost.e-ecolog.ru

исчезновения в промывных водах иона хлора (реакция раствора азотнокислого серебра с массовой долей 1 % на подкисленную азотной кислотой промывную воду). Затем фильтры с осадками помещают в предварительно прокаленные и взвешенные платиновые тигли, осторожно озоляют и прокаливают при температуре 1100—1200 °С до постоянной массы.

Концентрацию раствора азотнокислого циркония ($C$) в г/см$^3$ в пересчете на диоксид циркония вычисляют как среднее арифметическое результатов трех определений по формуле

$$C = \frac{m_1 + m_2 + m_3}{15 + 20 + 25} = \frac{\Sigma m}{60},$$

где $m_1$, $m_2$, $m_3$ — масса диоксида циркония в первом, втором и третьем тиглях, г;

15, 20, 25 — объемы раствора азотнокислого циркония соответственно в первом, втором и третьем стаканах, см$^3$;

$\Sigma m$ — общая масса диоксида циркония, полученная из 60 см$^3$ раствора азотнокислого циркония, г.

Допускается также приготовление стандартного раствора диоксида циркония из стандартных образцов цирконийсодержащих огнеупоров или диоксида циркония ос. ч.

Трилон Б, 0,025 М раствор готовят следующим образом: взвешивают 9,31 г сухого трилона Б и растворяют в 150—200 см$^3$ дистиллированной воды при слабом нагревании. Раствор фильтруют через фильтр «белая лента», разбавляют водой до 1 дм$^3$ и тщательно перемешивают.

Для установки коэффициента молярности раствора трилона Б по диоксиду циркония в три конические колбы вместимостью по 250 см$^3$ отбирают по 25 см$^3$ раствора азотнокислого циркония и нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25 % (до покраснения бумаги «конго красная»). Затем в раствор добавляют 3 см$^3$ концентрированной серной кислоты, доводят до 100 см$^3$ и кипятят на электрической плитке 1—2 мин, после чего добавляют 10 см$^3$ раствора солянокислого гидроксиламина, 10 капель индикаторного раствора ксиленолового оранжевого и титруют до перехода окраски из красного цвета в желтый. Отмечают количество кубических сантиметров трилона Б, потраченное на титрование, и рассчитывают коэффициент молярности трилона Б ($K$) по формуле

$$K = \frac{25 \cdot K_1}{V},$$

где 25 — количество раствора азотнокислого циркония, взятое для титрования соответственно в первый, второй и третий стаканы, см$^3$;

$K_1$ — коэффициент молярности азотнокислого циркония;

$V$ — объем раствора трилона Б, использованный на титрование, см$^3$.

**2.3. Проведение анализа**

Отбирают пипеткой 50 см$^3$ раствора, полученного, как указано в ГОСТ 20300.2, п. 2.3 или 3.4, и помещают в коническую колбу вместимостью 250 см$^3$. В раствор опускают бумагу конго и по каплям приливают 25 %-ный раствор аммиака до покраснения бумаги и появления мути. Затем сразу приливают 3 см$^3$ концентрированной серной кислоты до полного растворения гидроокиси и разбавляют раствор водой до объема 100 см$^3$.

Нагревают раствор до кипения, прибавляют 10 см$^3$ раствора солянокислого гидроксиламина (для маскирования железа), 10 капель индикаторного раствора ксиленолового оранжевого и титруют 0,025 М раствором трилона Б до перехода окраски раствора из красной в желтую. Отмечают количество кубических сантиметров 0,025 М раствора трилона Б, израсходованное на титрование циркония. Раствор после титрования циркония оставляют для определения алюминия.

**2.4. Обработка результатов**

2.4.1. Массовую долю диоксида циркония ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{K \cdot V \cdot 0{,}00308 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

где $K$ — коэффициент молярности 0,025 М раствора трилона Б, установленный по соли циркония;

$V$ — объем 0,025 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см$^3$;

0,00308 — масса диоксида циркония, соответствующая 1 см$^3$ точно 0,025 М раствора трилона Б, г;

$V_1$ — общий объем раствора, см$^3$;

$m$ — масса пробы, г;

$V_2$ — объем аликвотной части, см$^3$.

2.4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,30 %.

## 3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ

**3.1. Сущность метода**

Метод основан на осаждении фосфата циркония в растворе циркония фосфатом аммония.

**3.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические 1-го класса с разновесами.

Печь муфельная с силитовыми стержнями, обеспечивающая температуру нагрева (1200 ± 50) °С.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 5 %.

**3.3. Проведение анализа**

От раствора, полученного, как указано в п. 2.3, отбирают 50 см$^3$ в стакан вместимостью 300 см$^3$, прибавляют 10 см$^3$ концентрированной серной кислоты, 0,7 г двузамещенного фосфорнокислого аммония, доводят до 100 см$^3$ дистиллированной водой и нагревают до кипения на электрической плитке. Раствор оставляют на ночь. Осадок отфильтровывают через фильтр «синяя лента» и промывают несколько раз 150 см$^3$ раствора азотнокислого аммония.

Осадок фосфата циркония на фильтре переносят в прокаленный и взвешенный платиновый тигель, подсушивают, а затем прокаливают 2 ч в муфельной печи при температуре (1200 ± 50) °С до постоянной массы.

**3.4. Обработка результатов**

3.4.1. Массовую долю диоксида циркония ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 0{,}465 \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

где $m_1$ — масса прокаленного фосфата циркония, г;

$V$ — общий объем раствора, см$^3$;

0,465 — коэффициент пересчета фосфата циркония на диоксид циркония;

$V_1$ — объем аликвотной части раствора, см$^3$;

$m$ — масса пробы, г.

3.4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,30 %.

3.4.3. Гравиметрический метод определения содержания диоксида циркония применяют при разногласиях в оценке качества.

3.4.4. Допускается определять содержание диоксида циркония из отдельной навески по ГОСТ 13997.4.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственной ассоциацией промышленности строительных материалов**

**РАЗРАБОТЧИКИ**

**Е.В. Соболев,** канд. техн. наук; **В.Е. Голубев,** канд. техн. наук; **Р.П. Борисова; Е.А. Диденко**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 15.03.90 № 434**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 20300.3—74**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, раздела | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, раздела |
|---|---|---|---|
| ГОСТ 3118—77 | 2.2 | ГОСТ 7172—76 | 2.2 |
| ГОСТ 3760—79 | 2.2 | ГОСТ 13997.4—84 | 3.4.4 |
| ГОСТ 3772—74 | 3.2 | ГОСТ 18300—87 | 2.2 |
| ГОСТ 4204—77 | 2.2, 3.2 | ГОСТ 20300.1—90 | 1 |
| ГОСТ 5456—79 | 2.2 | ГОСТ 20300.2—90 | 2.3 |
| ГОСТ 6563—75 | 2.2 | ГОСТ 22867—77 | 2.2, 3.2 |

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ**

gost.e-ecolog.ru