ГОСТ 3594.13—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНЫ ФОРМОВОЧНЫЕ ОГНЕУПОРНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Российской Федерацией

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.
За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Казахстан	Казгосстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменгосстандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Издательство стандартов, 1994

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Технического секретариата Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

II

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНЫ ФОРМОВОЧНЫЕ ОГНЕУПОРНЫЕ

Метод определения оксида алюминия

Moulding refractory clays
Method for determination of aluminium oxide

Дата введения 1995—01—01

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на комовые и порошкообразные огнеупорные глины каолинитового и каолинитогидрослюдистого состава (далее — глины), применяемые в литейном производстве в качестве минеральных связующих в составах формовочных и стержневых смесей, и устанавливает комплексонометрический метод определения массовой доли оксида алюминия.

Метод основан на разложении алюмосиликатных и глиноземистых формовочных огнеупорных глин сплавлением со смесью, состоящей из углекислого натрия, тетраборнокислого натрия и последующем переведением алюминия в алюминат и комплексонометрическом титровании его в среде ацетатного буферного раствора при pH 4,8—5,0 с использованием раствора сернокислой меди в качестве второго титранта и индикатора ПАН.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Серебро азотнокислое Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3759—75 Алюминий хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3772—74 Аммоний фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин —*N, N, N′, N′*-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 22867—77 Аммоний азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 3594.0—93 Глины формовочные огнеупорные. Общие требования к методам испытаний

3 АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

3.1 Печи муфельные с терморегулятором, обеспечивающие температуру нагрева до 950—1000 и 1000—1100 °С.

3.2 Тигли платиновые № 100—7 по ГОСТ 6563.

3.3 Натрий углекислый по ГОСТ 83.

3.4 Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре при (400±20) °С.

3.5 Смесь для сплавления, состоящая из углекислого натрия и безводного тетраборнокислого натрия в соотношении 2:1.

3.6. Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:3.

3.7 Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

3.8 Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, х. ч., раствор 300 г/дм³, хранят в полиэтиленовом сосуде.

3.9 Соль динатриевая этилендиамин — *N, N, N′, N′*-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации 0,025 моль/дм³.

3.10 Медь (II) сернокислая 5-водная (сульфат меди) по ГОСТ 4165, раствор 0,05 моль/дм³: 12,5 г сульфата меди растворяют в

воде, приливают 2 см³ серной кислоты, доводят водой до 1000 см³, перемешивают.

3.11 Медь (II) сернокислая 5-водная (сульфат меди) по ГОСТ 4165, раствор 0,025 моль/дм³: 6,25 сульфата меди растворяют в воде, приливают 2 см³ серной кислоты, доводят водой до 1000 см³, перемешивают.

3.12 Кислота серная по ГОСТ 4204.

3.13 Индикатор 1,2-(пиридал-азо)-2 нафтол (ПАН), спиртовой раствор 2 г/дм³.

3.14 Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

3.15 Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор 2 моль/дм³.

3.16 Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199.

3.17 Раствор ацетатный буферный с pH 4,8—5,0:1 дм³ раствора уксусной кислоты 2 моль/дм³ смешивают с 1 дм³ раствора, содержащего 540 г уксуснокислого натрия 3-водного.

3.18 Индикаторная бумага конго.

3.19 Алюминий марки А 9995 по ГОСТ 11069, стружка.

3.20 Стандартный раствор оксида алюминия: точную навеску массой 0,65—0,66 г металлического алюминия растворяют в 150 см³ соляной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают (для приготовления этого стандартного раствора могут быть использованы также соли алюминия квалификации ос.ч. или х. ч.).

3.21 Концентрацию стандартного раствора оксида алюминия C в г/см³ оксида алюминия вычисляют по формуле

$$C = \frac{m \cdot 1,8895}{1000}, \qquad (1)$$

где m — масса навески металлического алюминия, г;

1,8895 — коэффициент пересчета алюминия на оксид алюминия.

3.22 Алюминий хлористый 6-водный по ГОСТ 3759, х. ч. или ос. ч. марки 12—2.

3.23. Аммоний хлористый по ГОСТ 3772.

3.24 Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 20 г/дм³, к которому добавляют несколько капель аммиака до изменения цвета по индикатору метиловому красному.

3.25 Индикатор метиловый красный, спиртовой раствор 1 г/дм³.

3.26 Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 10 г/дм³.

3.27 Стандартный раствор оксида алюминия: навеску хлористого алюминия массой 5,7—6,0 г растворяют в 100 см³ раствора соляной кислоты (1:3) в стакане вместимостью 200 см³. Раствор пе-

реводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой, перемешивают.

Стандартный раствор оксида алюминия 0,0012 г/см³.

Точную массовую концентрацию раствора оксида алюминия устанавливают гравиметрическим методом. Для этого в стакан вместимостью 250—300 см³ отбирают 50 см³ стандартного раствора, добавляют воды 20—25 см³, 2 г хлористого аммония, нагревают до кипения и осаждают раствором аммиака гидроксид алюминия, добавляя его до слабого запаха. Раствор с осадком нагревают до кипения, дают осадку осесть и отфильтровывают на фильтр диаметром 11 см «красная лента». Осадок промывают горячим раствором азотнокислого аммония до отрицательной реакции на ион хлора (реакция в 3 см³ фильтрата с 2—3 каплями раствора азотнокислого серебра).

Фильтр с осадком помещают во взвешенный платиновый тигель, подсушивают, озоляют и прокаливают до постоянной массы в муфельной печи при температуре (1100±50) °С.

Концентрацию стандартного раствора (C_1) в г/см³ оксида алюминия вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{m}{50}, \qquad (2)$$

где m — масса осадка оксида алюминия, г;

50 — объем стандартного раствора оксида алюминия, см³, взятый для анализа.

3.28 Устанавливают соотношение растворов трилона Б и сернокислой меди (K): 10 см³ раствора трилона Б помещают в коническую колбу вместимостью 300 см³, приливают примерно 100 см³ воды, нагревают до кипения, приливают 15—20 см³ ацетатного буферного раствора, 5—7 капель индикатора ПАН и титруют раствором сернокислой меди до перехода окраски из желто-зеленой в сине-фиолетовую. Для оценки соотношения растворов проводят не менее трех титрований и берут среднее арифметическое значение результатов.

Соотношение растворов трилона Б и сернокислой меди K вычисляют по формуле

$$K = \frac{V}{V_1}, \qquad (3)$$

где V — объем раствора трилона, Б, взятый для установки соотношения, см³;

V_1 — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование, см³.

3.29 Установка концентрации раствора трилона Б по оксиду алюминия.

В коническую колбу вместимостью 300 см³ помещают 10 см³ стандартного раствора оксида алюминия, приливают 2—3 см³ соляной кислоты, 70—100 см³ воды и 25 см³ раствора трилона Б. Содержимое колбы нагревают до кипения, остывший до температуры 70—80 °С раствор нейтрализуют раствором аммиака до переходного цвета индикаторной бумаги конго, приливают 15—20 см³ буферного раствора с pH 4,8—5,0 5—7 капель раствора индикатора ПАН и оттитровывают избыток раствора трилона Б раствором сернокислой меди до перехода окраски раствора из желто-зеленой в сине-фиолетовую. Проводят три параллельных титрования.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C_2) в г/см³ оксида алюминия вычисляют по формуле

$$C_2 = \frac{10 \cdot C}{V - K \cdot V_1}, \qquad (4)$$

где 10 —объем стандартного раствора оксида алюминия, взятый для титрования, см³;

C — концентрация стандартного раствора оксида алюминия, г/см³;

V — объем прилитого раствора трилона Б, см³;

K — соотношение растворов трилона Б и сернокислой меди;

V_1 — объем раствора сернокислой меди, израсходованной на титрование, см³.

4 ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

4.1 Общие требования к методу испытания — по ГОСТ 3594.0

5 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

5.1 Навеску пробы массой 0,1—0,25 г смешивают в платиновом тигле с 3—5 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при температуре (1000±50) °С в течение 10—30 мин. Тигель со сплавом помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, добавляют 50 см³ раствора соляной кислоты (1:3), накрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения сплава.

Обмывают тигель небольшим количеством воды. Раствор выпаривают до объема 40—50 см³, охлаждают до температуры 40—50 °С, вводят нагретый до температуры 70—80 °С раствор гидроксида натрия до красного цвета бумаги конго и приливают в избыток 30 см³, нагретого до температуры 70—80 °С.

Раствор с осадком накрывают часовым стеклом, кипятят 3—5 мин, быстро охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 200—250 см³, доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют через сухой складчатый фильтр, отбрасывая две первые порции фильтрата.

Аликвоту раствора 100 см³ переносят в коническую колбу вместимостью 250—300 см³; нейтрализуют соляной кислотой до синего цвета бумаги конго и вводят 2—3 см³ в избыток, раствор кипятят 2—3 мин.

Приливают 15—50 см³ раствора трилона Б, нагревают до кипения, дают остыть до температуры 70—80 °С, нейтрализуют раствором аммиака до переходного цвета бумаги конго, приливают 15—20 см³ ацетатного буферного раствора, 5—7 капель раствора индикатора ПАН и титруют избыточное количество трилона Б раствором сернокислой меди до перехода желто-зеленой окраски в сине-фиолетовую.

При использовании навески массой 0,1 г, а также для анализа *материалов с массовой долей оксида алюминия до 35 %* применяют раствор сернокислой меди 0,025 моль/дм³.

5.2 Для подготовки исходного раствора глин допускается использование серебряных тиглей и обезвоженного гидроксида натрия в качестве плавня.

6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 Массовую долю оксида алюминия X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot 250 \cdot C_2 \cdot 100}{m \cdot V_2}, \qquad (5)$$

где V — объем прилитого раствора трилона Б, см³;

V_1 — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см³;

K — соотношение растворов трилона Б и сернокислой меди;

250 — объем исходного раствора, см³;

C_2 — концентрация раствора трилона Б, г/см³ оксида алюминия;

m — масса навески, г;

V_2 — объем аликвоты раствора, взятый для титрования, см³.

Результаты анализа рассчитывают до третьего и округляют до второго десятичного знака.

7 ТОЧНОСТЬ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

7.1 Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 10,0 до 25,0 включ.	0,30
Св. 25,0 до 50,0 »	0,40

УДК 666.32.001.4.006.354 А59 ОКСТУ 4191

Ключевые слова: глины формовочные огнеупорные, определение оксида алюминия

gost.e-ecolog.ru