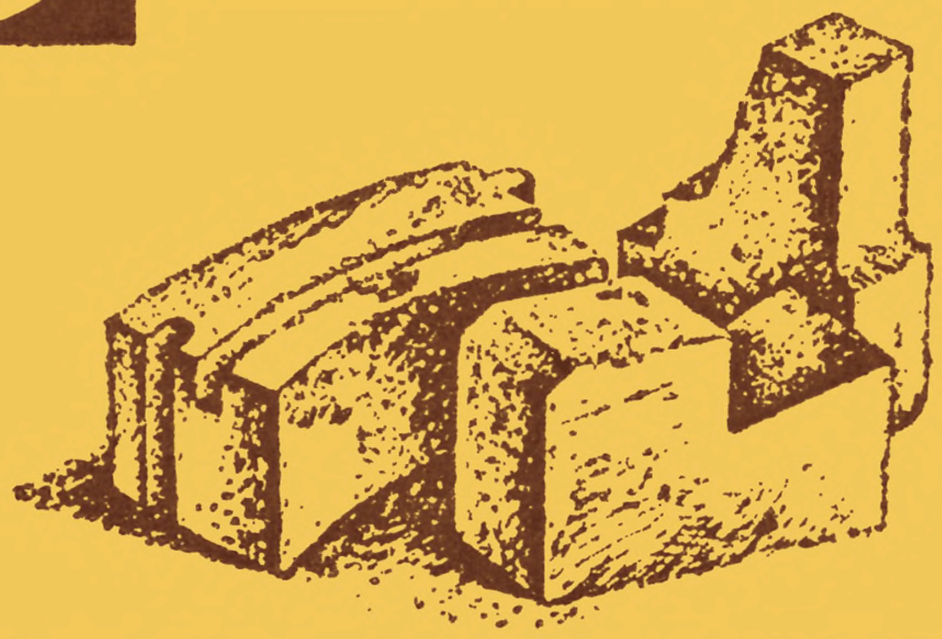
ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ СБОРНИК



ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

ЧАСТЬ 3

gost.e-ecolog.ru



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ОГНЕУПОРЫ
И ОГНЕУПОРНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Часть 3

Издание официальное

Москва
ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
1988

УДК 666.76.001.4 : 006.354

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Огнеупоры и огнеупорные изделия» часть 3 содержит стандарты, утвержденные до 1 ноября 1987 г.

В стандарты внесены все изменения, принятые до указанного срока. Около номера стандарта, в который внесено изменение, стоит знак *.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в выпускаемом ежемесячно информационном указателе «Государственные стандарты СССР».

0 $\frac{31011}{085(02)-88}$ 88

© Издательство стандартов, 1988

Группа И29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕ

Методы определения содержания двуокиси циркония

ГОСТ 20300.3—74

Baddeleyite—corundum refractories. Methods for the determination of zirconium dioxide content

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25.11 1974 г. № 2597 срок введения установлен

с 01.01.76

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 18.12.84 № 4610 срок действия продлен

до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорные бадделеито-корундовые изделия и устанавливает комплексонометрический и весовой методы определения содержания двуокиси циркония (при массовой доле двуокиси циркония не менее 33%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20300.1—74.

2. МЕТОД КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ДВУОКИСИ 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—75.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76, х. ч. или ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 10 и 25%-ный растворы.

Аммоний азотнокислый, 2%-ный раствор, к которому добавляют аммиак до слабощелочной реакции по метилроту.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 10%-ный водный раствор.

Метиловый красный, 0,2%-ный спиртовой раствор.

Спирт этиловый гидролизный высшей очистки.

Индикатор ксиленоловый оранжевый, 0,2%-ный водный раствор.

Цирконий азотнокислый, титрованный раствор; готовят следующим образом: 0,2 г х.ч. азотнокислого циркония растворяют в 100—150 см³ дистиллированной воды, пропускают раствор через фильтр «белая лента», добавляют 90 см³ концентрированной соляной кислоты, разбавляют водой до объема 10 дм³ и тщательно перемешивают.

Титр раствора устанавливают весовым способом. Для этого отбирают бюреткой в три стакана вместимостью по 350—400 см³ соответственно 15, 20, 25 см³ раствора. Добавляют в каждый стакан 3 см³ концентрированной соляной кислоты и разбавляют водой до 100 см³, нагревают растворы до кипения, прибавляют по 2—4 капли 0,2%-ного спиртового раствора метилрота и подщелачивают 10%-ным раствором аммиака 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 фильтры «белая лента» и промывают горячим раствором азотнокислого аммония до исчезновения в промывных водах иона хлора (реакция с 1%-ным раствором азотнокислого серебра на подкисленную азотной кислотой промывную воду). Затем фильтры с осадками помещают в предварительно прокаленные и взвешенные платиновые тигли, осторожно озоляют и прокаливают при 1100—1200°С до постоянной массы.

Титр раствора азотнокислого циркония (T) в г/см³ в пересчете на двуокись циркония вычисляют как среднее арифметическое значение из результатов трех определений по следующей формуле:

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

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

15, 20, 25 — объемы раствора азотнокислого циркония соответственно в первом, втором и третьем стаканах, см³;

Σm — общая масса двуокиси циркония, полученная из 60 см³ раствора азотнокислого циркония, г.

Трилон Б, 0,05 н. раствор; готовят следующим образом: взвешивают 10 г сухого трилона Б и растворяют в 150—200 см³ дистиллированной воды при слабом нагревании. Раствор фильтру-

ют через фильтр «белая лента», разбавляют водой до 1 дм³ и тщательно перемешивают.

Для установки титра раствора трилона Б по двуокиси циркония в три конические колбы вместимостью по 250 см³ отбирают по 15, 20 и 25 см³ раствора азотнокислого циркония и нейтрализуют 25%-ным раствором аммиака (до покраснения бумажки Конго).

Затем в раствор добавляют 3 см³ концентрированной серной кислоты, доводят водой до 100 см³ и кипятят на электрической плитке 1—2 мин, после чего добавляют 10 см³ 10%-ного раствора солянокислого гидроксиламина, 10 капель индикаторного раствора ксиленолового оранжевого и титруют до перехода окраски из красного цвета в желтый. Отмечают количество миллилитров трилона Б, потраченное на титрование, и рассчитывают средний коэффициент нормальности трилона Б, пользуясь формулами:

$$K_1 = \frac{T \cdot 15}{v_1 \cdot 0{,}00308}; \quad K_2 = \frac{T \cdot 20}{v_2 \cdot 0{,}00308};$$

$$K_3 = \frac{T \cdot 25}{v_3 \cdot 0{,}00308}; \quad K_{ср} = \frac{K_1 + K_2 + K_3}{3},$$

где T — титр раствора азотнокислого циркония, выраженный по двуокиси циркония, г/см³;

15, 20, 25 — количество раствора азотнокислого циркония, взятое для титрования соответственно в первый, второй и третий стаканы, см³;

v_1, v_2, v_3 — количество раствора трилона Б, использованное на титрование, см³;

0,00308 — количество двуокиси циркония, соответствующее 1 см³ точно 0,05 н. раствора трилона Б, г.

2.3. Проведение анализа

Отбирают пипеткой 50 см³ раствора, полученного как указано в разд. 2 ГОСТ 20300.2—74, и помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³. В раствор опускают бумажку конго и по каплям приливают 25%-ный раствор аммиака до покраснения бумажки и появления мути. Затем сразу приливают 3 см³ концентрированной серной кислоты до полного растворения гидроокиси и разбавляют раствор водой до объема 100 см³.

Нагревают раствор до кипения, прибавляют 10 см³ 10%-ного раствора солянокислого гидроксиламина (для маскирования железа), 10 капель индикаторного раствора ксиленолового оранжевого и титруют 0,05 н. раствором трилона Б до перехода окраски раствора из пурпурной в желтую. Отмечают количество миллилитров 0,05 н. раствора трилона Б, израсходованное на титрование

циркония. Раствор после титрования циркония оставляют для определения алюминия.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю двуокиси 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 v — количество 0,05 н. раствора трилона Б, израсходованное на титрование, см³;

V_1 — общий объем раствора, см³;

V_2 — объем аликвотной части, см³;

K — коэффициент нормальности 0,05 н. раствора трилона Б, установленный по соли циркония;

0,00308 — количество двуокиси циркония, соответствующее 1 см³ точно 0,05 н. раствора трилона Б, г;

m — масса пробы, г.

2.4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,20 абс. %.

3. ВЕСОВОЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ДВУОКИСИ 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—77.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772—74.

Аммоний азотнокислый, 5%-ный раствор.

3.3. Проведение анализа

От раствора, полученного как указано в п. 2.3, отбирают 50 см³ в стакан вместимостью 300 см³, прибавляют 10 см³ концентрированной серной кислоты, 0,7 г двузамещенного фосфорнокислого аммония, доводят до 100 см³ дистиллированной водой и нагревают до кипения на электрической плитке. Раствор оставляют на ночь. Осадок отфильтровывают через фильтр «синяя лента» и промывают несколько раз 150 см³ 5%-ного 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 (1200±50)°С до постоянной массы.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю двуокиси 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_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

V — общий объем раствора, см³;

m — масса пробы, г;

0,465 — коэффициент пересчета фосфата циркония на двуокись циркония.

3.4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,3 абс.%.

3.4.3. Весовой метод определения содержания двуокиси циркония является арбитражным.

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 2211—65	Изделия, сырье и материалы огнеупорные. Методы определения плотности	3
ГОСТ 2409—80	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения водопоглощения, кажущейся плотности, открытой и общей пористости	9
ГОСТ 2642.0—86	Материалы и изделия огнеупорные. Общие требования к методам анализа	15
ГОСТ 2642.1—86	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения гигроскопической влаги	19
ГОСТ 2642.2—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения потери массы при прокаливании	21
ГОСТ 2642.3—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения двуокиси кремния	25
ГОСТ 2642.4—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси алюминия	48
ГОСТ 2642.5—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси железа	73
ГОСТ 2642.6—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения двуокиси титана	91
ГОСТ 2642.7—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси кальция	99
ГОСТ 2642.8—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси магния	115
ГОСТ 2642.9—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси хрома	128
ГОСТ 2642.10—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения пятиокиси фосфора	137
ГОСТ 2642.11—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окисей калия и натрия	141
ГОСТ 2642.12—86	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения закиси марганца	147
ГОСТ 2642.13—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси бора	150
ГОСТ 2642.14—86	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения двуокиси циркония	154
ГОСТ 4069—69	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения огнеупорности	155
ГОСТ 4070—83	Огнеупоры. Метод определения температуры деформации под нагрузкой	161
ГОСТ 4071—80	Изделия огнеупорные. Метод определения предела прочности при сжатии	166
ГОСТ 5402—81	Изделия огнеупорные. Методы определения дополнительной линейной усадки или роста	170
ГОСТ 7875—83	Изделия огнеупорные. Метод определения термической стойкости	176
ГОСТ 8179—85	Изделия огнеупорные. Правила приемки	181
ГОСТ 11573—65	Изделия огнеупорные. Метод определения коэффициента газопроницаемости	185
ГОСТ 12170—85	Огнеупоры. Стационарный метод измерения теплопроводности	191
ГОСТ 13997.0—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Общие требования к методам анализа	199
ГОСТ 13997.1—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения гигроскопической влаги	202

ГОСТ 13997.2—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения потери массы при прокаливании 203
ГОСТ 13997.3—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения двуокиси кремния 204
ГОСТ 13997.4—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения двуокиси циркония 213
ГОСТ 13997.5—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения окиси железа 228
ГОСТ 13997.6—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения двуокиси титана 238
ГОСТ 13997.7—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения окиси алюминия 245
ГОСТ 13997.8—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения окиси кальция . 256
ГОСТ 13997.9—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения окиси магния . 266
ГОСТ 13997.10—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Метод определения окиси иттрия . . 275
ГОСТ 13997.11—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения окисей натрия и калия 279
ГОСТ 13997.12—84 Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения пятиокиси фосфора 285
ГОСТ 15136—78 Изделия огнеупорные. Метод измерения глубины отбитости углов и ребер 289
ГОСТ 18847—84 Огнеупоры неформованные сыпучие. Методы определения водопоглощения, кажущейся плотности и открытой пористости зернистых материалов . 296
ГОСТ 20300.1—74 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые. Общие требования к методам анализа 304
ГОСТ 20300.2—74 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые. Методы определения содержания двуокиси кремния 306
ГОСТ 20300.3—74 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые. Методы определения содержания двуокиси циркония 309
ГОСТ 20300.4—74 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые. Метод определения содержания двуокиси титана 314
ГОСТ 20300.5—74 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые. Метод определения содержания окиси железа . 317
ГОСТ 20300.6—74 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые. Методы определения содержания окиси алюминия 320
ГОСТ 20300.7—74 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые. Метод определения содержания окислов кальция и магния 325
ГОСТ 20300.8—74 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые. Метод определения содержания окиси натрия . 330
ГОСТ 24468—80 Изделия огнеупорные. Метод определения кажущейся плотности и общей пористости теплоизоляционных изделий 332
ГОСТ 24523.0—80 Периклаз электротехнический. Общие требования к методам химического анализа 336
ГОСТ 24523.1—80 Периклаз электротехнический. Метод определения двуокиси кремния 339
ГОСТ 24523.2—80 Периклаз электротехнический. Метод определения окиси алюминия 343
ГОСТ 24523.3—80 Периклаз электротехнический. Методы определения окиси железа 347

ГОСТ 24523.4—80	Периклаз электротехнический. Метод определения окиси кальция	353
ГОСТ 24523.5—80	Периклаз электротехнический. Метод определения окиси магния	359
ГОСТ 24523.6—80	Периклаз электротехнический. Метод определения изменения массы при прокаливании	363
ГОСТ 24717—81	Материалы и изделия огнеупорные. Маркировка, упаковка, транспортирование и хранение	365
ГОСТ 24830—81	Изделия огнеупорные бетонные. Ультразвуковой метод контроля качества	369
ГОСТ 25040—81	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения ползучести при сжатии	375
ГОСТ 25085—81	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения прочности при изгибе при повышенных температурах	382
ГОСТ 25714—83	Контроль неразрушающий. Акустический звуковой метод определения открытой пористости, кажущейся плотности, плотности и предела прочности при сжатии огнеупорных изделий	386
ГОСТ 26564.0—85	Материалы и изделия огнеупорные карбидкремниевые. Общие требования к методам анализа	393
ГОСТ 26564.1—85	Материалы и изделия огнеупорные карбидкремниевые. Метод определения карбида кремния	396
ГОСТ 26564.2—85	Материалы и изделия огнеупорные карбидкремниевые. Методы определения свободного углерода	398
ГОСТ 26564.3—85	Материалы и изделия огнеупорные карбидкремниевые. Методы определения двуокиси кремния	402
ГОСТ 26564.4—85	Материалы и изделия огнеупорные карбидкремниевые. Метод определения свободного кремния	407
ГОСТ 26565—85	Огнеупоры неформованные. Методы отбора и подготовки проб	410

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Часть 3

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Е. И. Евтеева*

Сдано в наб. 08.05.87. Подп. к печ. 11.02.88. Формат 60×90¹/₁₆. Бумага книжно-журнальная. Гарнитура литературная. Печать высокая. 26,5 усл. п. л. 26,63 усл. кр.-отт. 25,50 уч.-изд. л. Тир. 20000. Зак. 2583. Цена 1 р. 50 к. Изд. № 9441/2.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов,
123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3

gost.e-ecolog.ru

Великолукская городская типография управления издательств, полиграфии и книжной торговли Псковского облисполкома,
182100, г. Великие Луки, ул. Полиграфистов, 78/12