УДК 666.76:543.06:006.354 Группа И29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

Методы определения окиси алюминия

Refractory materials and products.
Methods for the determination of
aluminium oxide

ОКСТУ 1509

ГОСТ 2642.4—86

(СТ СЭВ 972—78, СТ СЭВ 973—78, СТ СЭВ 2217—80, СТ СЭВ 4548—84)

Взамен ГОСТ 2642.4—81

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1986 г. № 1311 срок действия установлен

с 01.07.87
до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземо-известковые, магнезиальные, магнезиально-известковые, известковые, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные и карбид-кремниевые и устанавливает методы определения окиси алюминия: комплексонометрические методы при массовой доле окиси алюминия от 0,5 до 99 %; комплексонометрический метод определения окиси алюминия в хромсодержащих огнеупорах после предварительного отделения хрома в виде хлористого хромила при массовой доле окиси алюминия от 2 до 20 %; фотометрические методы: для магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупоров при массовой доле окиси алюминия до 1 % и для кремнеземистых огнеупорных материалов и изделий при массовой доле окиси алюминия до 1,5 %.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 972—78, СТ СЭВ 973—78, СТ СЭВ 2217—80, СТ СЭВ 4548—84.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2642.0—86.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ БЕЗ ОТДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ

(при массовой доле окиси алюминия от 15 до 99%)

2.1. Сущность метода

Метод основан на разложении алюмосиликатных и глиноземистых огнеупорных материалов сплавлением со смесью, состоящей из равных по массе частей углекислого натрия, углекислого калия, тетраборнокислого натрия, 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.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Тигли платиновые № 100—7 по ГОСТ 6563—75.

Тигли серебряные № 102—8 по ГОСТ 6563—75.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный при (400±20) °С.

Калий углекислый по ГОСТ 4221—76.

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

Смесь для сплавления, состоящая из углекислого натрия и безводного тетраборнокислого натрия в соотношении 2:1 (рекомендуется для разложения проб с массовой долей окиси алюминия до 70 % наряду с тройной смесью).

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1 и 1:3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х.ч.; раствор 300 г/дм^3, хранят в полиэтиленовом сосуде.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор молярной концентрации 0,025 моль/дм^3.

Медь (II) сернокислая 5-водная (сульфат меди) по ГОСТ 4165—78, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3: 12,5 г сульфата меди растворяют в воде, приливают 2 см^3 серной кислоты, доводят водой до 1000 см^3, перемешивают.

Медь (II) сернокислая 5-водная (сульфат меди) по ГОСТ 4165—78, раствор молярной концентрации 0,025 моль/дм^3: 6,25 г сульфата меди растворяют в воде, приливают 2 см^3 серной кислоты, доводят водой до 1000 см^3, перемешивают.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Индикатор 1,2-(пиридил-азо)-2 нафтол (ПАН), спиртовый раствор 2 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор молярной концентрации 2 моль/дм^3.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78.

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

Индикаторная бумага конго.

Алюминий марки А 995 по ГОСТ 11069—74, стружка.

Стандартный раствор окиси алюминия: точную навеску массой 0,65—0,66 г металлического алюминия растворяют в 150 см^3 соляной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают (для приготовления этого стандартного раствора могут быть использованы также соли алюминия квалификации ос.ч. или х.ч.).

Массовую концентрацию стандартного раствора окиси алюминия (C) в г/см^3 окиси алюминия вычисляют по формуле

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

где m — масса навески металлического алюминия, г;

1,8895 — коэффициент пересчета алюминия на окись алюминия.

Алюминий хлористый 6-водный по ГОСТ 3759—75 х.ч. или ос.ч. марки 12—2.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор 20 г/дм^3, к которому добавляют несколько капель аммиака до изменения цвета по индикаторному метиловому красному.

Индикатор метиловый красный, спиртовый раствор 1 г/дм^3.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 10 г/дм^3.

Стандартный раствор окиси алюминия; навеску хлористого алюминия массой 5,7—6,0 г растворяют в 100 см^3 раствора соляной кислоты (1:3) в стакане вместимостью 200 см^3. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой, перемешивают.

Стандартный раствор окиси алюминия с массовой концентрацией окиси алюминия около 0,0012 г/см^3.

Точную массовую концентрацию раствора окиси алюминия устанавливают гравиметрическим методом. Для этого в стакан вместимостью 250—300 см^3 отбирают 50 см^3 стандартного раствора, добавляют воды 20—25 см^3, 2 г хлористого аммония, нагревают до кипения и осаждают раствором аммиака гидроокись алюминия, добавляя его до слабого запаха. Раствор с осадком наг-

ревают 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 (1100±50) °С.

Массовую концентрацию стандартного раствора (C_1) в г/см³ окиси алюминия вычисляют по формуле

$$C_1=\frac{m}{50},$$

где m — масса осадка окиси алюминия, г;

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

2.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси алюминия

В коническую колбу вместимостью 300 см³ помещают 10 см³ стандартного раствора окиси алюминия, приливают 2—3 см³ соляной кислоты, 70—100 см³ воды и 25 см³ раствора трилона Б. Содержимое колбы нагревают до кипения, остывший до 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 окиси алюминия вычисляют по формуле

$$C_2=\frac{10\cdot C}{V-K\cdot V_1},$$

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

C — массовая концентрация стандартного раствора окиси алюминия, г/см³ окиси алюминия;

V — объем прилитого раствора трилона Б, см³;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

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

2.2.2. Устанавливают соотношение между растворами 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 между растворами трилона Б и сернокислой меди (K) вычисляют по формуле

$$K=\frac{V}{V_1},$$

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

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

2.3. **Проведение анализа**

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 (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 40—50° С, вводят нагретый до 70—80 °С раствор гидроокиси натрия до красного цвета бумаги конго и приливают в избыток 30 см³.

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.

Аликвотную часть раствора 100 см³ при массовой доле окиси алюминия до 55 % и 50 см³ при массовой доле окиси алюминия более 55 % 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 (в зависимости от массовой доли окиси алюминия), нагревают до кипения, дают остыть до 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 и аликвотной части раствора 50 см³, а также для анализа материалов с массовой

долей окиси алюминия до 35 % применяют раствор сернокислой меди 0,025 моль/дм³.

При анализе глин, каолинов, полукислых шамотных и муллитокремнеземистых огнеупоров, если требуется определять массовую долю окиси железа и двуокиси титана, навеску пробы массой 0,5 г сплавляют и растворяют сплав, как описано выше. Полученный прозрачный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки, перемешивают (раствор 1). Для определения массовой доли окиси алюминия отбирают аликвотную часть раствора, равную 100 см³, в стакан и проводят определение по описанной выше методике, начиная с операции упаривания и нейтрализации гидроокисью натрия. Оставшийся раствор 1 используют для определения окиси железа и двуокиси титана.

Для подготовки исходного раствора глин, каолинов, полукислых шамотных изделий допускается использование серебряных тиглей и обезвоженной гидроокиси натрия в качестве плавня.

В серебряном тигле плавят 4—5 г гидроокиси натрия при (450±20) °С до прекращения выделения пузырьков (спокойная поверхность расплавленной щелочи означает полное ее обезвоживание). На остывшую поверхность щелочи в тигель помещают навеску материала массой 0,5 г, присыпают около 0,5—1 г гидроокиси натрия, закрывают тигель крышкой и сплавляют при (650±20) °С в течение 20—30 мин.

В стакан из жаростойкого стекла вместимостью 400 см³ помещают тигель, тщательно отмывают крышку горячей водой из промывалки и выщелачивают сплав горячей водой, отмывая тигель над стаканом.

Раствор с осадком накрывают часовым стеклом, кипятят 3—5 мин, быстро охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, дальше определение проводят по описанной выше методике.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю окиси алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где V — объем прилитого раствора трилона Б, см³;

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

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

250 — объем исходного раствора, см³;

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

m — масса навески, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятый для титрования, см³.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ

(при массовой доле окиси алюминия от 1 до 70%)

3.1. **Сущность метода**

Метод основан на комплексонометрическом определении окиси алюминия после предварительного отделения двуокиси кремния в кварцитах, огнеупорных глинах, кремнеземистых и карбидкремниевых огнеупорных материалах и изделиях при массовой доле окиси алюминия меньше 15%, а также после отделения кальция и магния при анализе магнезиальных, глиноземоизвестковых, магнезиально-известковых, магнезиально-шпинелидных и магнезиально-силикатных огнеупорных материалах и изделиях. В качестве индикатора используют 1,2-(пиридил-азо-)-2 нафтол (ПАН).

3.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 950—1000 °С.

Тигли платиновые № 100—7 и 100—10 по ГОСТ 6563—75.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота хлорная.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор 250 г/дм³.

Гексаметилентетрамин (уротропин), раствор 300 г/дм³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор 20 г/дм³ с добавлением нескольких капель аммиака до изменения цвета по метиловому красному.

Остальные реактивы и растворы — по п. 2.2.

Установку массовой концентрации раствора трилона Б по окиси алюминия проводят по п. 2.2.1.

Установку соотношения между растворами трилона Б и сернокислой меди проводят по п. 2.2.2.

Метиловый красный водноспиртовый раствор 1 г/дм³; 0,1 г метилового красного растворяют в 60 см³ этилового спирта и разбавляют водой до 100 см³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

3.3. **Проведение анализа**

3.3.1. Приготовление исходных растворов для проведения анализа

При проведении анализа кварцитов, кремнеземистых огнеупорных материалов и изделий и огнеупорных глин при массовой доле окиси алюминия меньше 15% готовят исходный раствор: навеску материала массой 0,5 г помещают в платиновый тигель № 100—7 или 100—10, смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 0,5 см³ серной кислоты, 10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха на электроплитке со слабым нагревом при периодическом помешивании при помощи щипцов. Сухой остаток прогревают в муфельной печи при (600±20) °С до полного удаления паров серной кислоты.

Остаток в тигле смешивают с 5—6 ч пиросернокислого калия и сплавляют в муфельной печи до получения прозрачного расплава. Сплав помещают в стакан, растворяют горячей водой с добавлением 20 см³ раствора соляной кислоты (1:3) (раствор 1).

При проведении анализа магнезиальных и магнезиально-известковых и магнезиально-шпинелидных, кроме хромосодержащих огнеупорных материалов и изделий готовят исходный раствор: навеску материала массой 0,5 или 0,2 г (в зависимости от массовой доли окиси алюминия) помещают в платиновый тигель № 100—7, смешивают с 5—6 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при (1000±50) °С в течение 15—30 мин. Остывший тигель со сплавом помещают в стакан, в который предварительно налито 60 см³ соляной кислоты (1:3), нагретой до кипения, и растворяют при нагревании на электроплитке (раствор 2).

При проведении анализа хромосодержащих огнеупорных материалов и изделий готовят исходный раствор, растворяя навеску материала массой 0,5 г в смеси 20 см³ хлорной и 10 см³ серной кислот при нагревании на электроплитке до полного вскрытия пробы.

При анализе необожженных огнеупорных материалов и изделий навеску пробы предварительно кипятят в 5 см³ азотной кислоты, после чего разлагают смесью хлорной и серной кислот, как описано выше. Затем для удаления хрома в виде хлористого хромила осторожно, по каплям, добавляют 5—6 капель соляной кислоты. После того как раствор снова пожелтеет, операцию повторяют.

Отгонку хрома ведут, обрабатывая раствор соляной кислотой до практически полного удаления хрома. Полученный раствор охлаждают, разбавляют водой до объема примерно 100 см³ (раствор 3).

3.3.2. Для проведения анализа раствора 1 (кроме анализа кремнеземистых огнеупорных материалов и изделий) нейтрали-

зуют в стакане раствором гидроокиси натрия по бумаге конго и добавляют 20—25 см³ этого раствора в избыток (отделение полуторных окислов для материалов, содержащих окиси кальция и магния до 1 %, не требуется).

Полученный раствор с осадком нагревают до кипения, кипятят 3—5 мин, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой, перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 100 или 50 см³ (в зависимости от массовой доли окиси алюминия), через сухой фильтр, отбросив первые две порции фильтрата, в коническую колбу вместимостью 300 см³. Прибавляют 50—60 см³ воды и нейтрализуют по бумаге конго соляной кислотой до синего цвета индикатора и дают 3—5 см³ кислоты в избыток, раствор кипятят 2—3 мин. В полученный кислый раствор приливают от 15 до 40 см³ 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б и далее анализ проводят по п. 2.3.

Для проведения анализа магнезиально-известковых, магнезиальных, магнезиально-шпинелидных огнеупоров из растворов 1 и 2, а также анализа кремнеземистых материалов и изделий из исходного раствора 1 соответствующий исходный раствор нагревают до 50—60 °С, прибавляют 15 см³ раствора хлористого аммония и осаждают сумму полуторных окислов и кремниевую кислоту растворами аммиака или уротропина. Отфильтровывают осадок на неплотный фильтр («красная лента»), промывают его 8—10 раз горячим раствором азотнокислого аммония. Фильтрат помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³ (раствор 4). Раствор может быть использован для определения окисей кальция и магния.

Осадок смывают с фильтра струей горячей воды из промывалки в стакан, в котором велось осаждение. Фильтр обрабатывают 2—3 раза раствором соляной кислоты (1:1), нагретой до кипения, порциями по 10—15 см³, фильтр промывают 8—10 раз горячей водой и упаривают полученный раствор до 50—60 см³.

Допускается готовить раствор для определения окиси алюминия путем высушивания, озоления и прокаливания осадка полуторных окислов с последующим его сплавлением со смесью (1:1:1) и растворением сплава в 30—40 см³ раствора соляной кислоты (1:3).

Далее анализ проводят, как описано выше для раствора 1, начиная с операции нейтрализации раствором гидроокиси натрия.

3.4. **Обработка результатов**

3.4.1. Обработку результатов проводят по п. 2.4.1.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

4. УСКОРЕННЫЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ В ОГНЕУПОРНЫХ ГЛИНАХ, КАОЛИНАХ, КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ И АЛЮМОСИЛИКАТНЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси алюминия от 0,5 до 99%)

4.1. Сущность метода

Метод основан на определении алюминия по разности после комплексонометрического титрования его в сумме с железом и титаном.

Для определения окиси алюминия в кремнеземистых, алюмосиликатных, глиноземистых, огнеупорных материалах и изделиях с массовой долей окиси железа более 0,5% применяют метод последовательного комплексонометрического титрования после определения железа.

В качестве индикатора используют 1,2-(пиридил-азо)-2-нафтол (ПАН).

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 2.2.

Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси алюминия — по п. 2.2.1, установка соотношения между растворами трилона Б и сернокислой меди — по п. 2.2.2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор молярной концентрации 1 моль/дм^3.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478—78, раствор 300 г/дм^3.

4.3. Проведение анализа

При проведении анализа алюмосиликатных материалов и изделий навеску пробы массой 0,5 г (при массовой доле окиси алюминия до 45%) и массой 0,25 г (при массовой доле окиси алюминия свыше 45%) смешивают в платиновом тигле с 3—5 г смеси для сплавления (тройной или двойной) и сплавляют в муфельной печи при (1000±50) °С в течение 10—15 мин. Остывший сплав вместе с тиглем опускают в стакан, в который предварительно налито 60 см^3 раствора соляной кислоты (1:3), нагретой до кипения. Растворение сплава заканчивают на электроплитке со слабым нагревом. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

Для определения суммы окислов алюминия, железа и титана в алюмосиликатных огнеупорных материалах и изделиях используют аликвотную часть исходного раствора после удаления двуокиси кремния по ГОСТ 2642.3—86, разд. 2 (раствор 1).

При анализе сырьевых и необожженных огнеупорных материалов допускается использовать серебряные тигли и обезвоженной

гидроокиси натрия в качестве плавня для подготовки исходного раствора.

Для определения суммы окисей алюминия, железа и двуокиси титана отбирают в коническую колбу вместимостью 300 см³ аликвотную часть раствора, равную 50 или 100 см³, прибавляют 20—45 см³ раствора трилона Б, нагревают до кипения, нейтрализуют раствором аммиака до переходного цвета бумаги конго, приливают 15—20 см³ ацетатного буферного раствора, 5—6 капель раствора индикатора ПАН и титруют избыточное количество трилона Б раствором сернокислой меди от желто-зеленой до сине-фиолетовой окраски. Массовую долю окиси железа определяют по ГОСТ 2642.5—86, массовую долю двуокиси титана — по ГОСТ 2642.6—86.

При проведении анализа кремнеземистых огнеупорных материалов и изделий исходный раствор готовят по п.3.3.1 (раствор 1) или используют раствор, полученный после определения кремниевой кислоты по ГОСТ 2642.3—86, разд. 2 или 5 (раствор 1 или 3).

Раствор, полученный из навески массой 0,5 г, помещают в коническую колбу вместимостью 300 см³, нагревают до 60—70 °С, нейтрализуют раствором аммиака до изменения цвета бумаги конго (появление легкой мути), приливают 10 см³ 1 моль/дм³ раствора соляной кислоты, несколько капель раствора сульфосалициловой кислоты и титруют железо по ГОСТ 2642.5—86. Обработку результатов проводят по ГОСТ 2642.5—86.

В раствор после титрования железа прибавляют 15—35 см³ раствора трилона Б (в зависимости от массовой доли окиси алюминия), нагревают до 70—80 °С и определение алюминия проводят, как описано выше.

4.4. **Обработка результатов**

4.4.1. Массовую долю окиси алюминия (X_1) в процентах при определении ее из суммы окисей алюминия, железа и титана вычисляют по формуле

$$X_1 = \left(\frac{V - K \cdot V_1}{m} - \frac{m_1}{C \cdot 100} - \frac{m_2}{C_1 \cdot 100} \right) C_2 \cdot 100 ,$$

где V — объем раствора трилона Б, см³;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

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

m — масса навески, соответствующая аликвотной части, г;

m_1 — массовая доля окиси железа, % (определяют по ГОСТ 2642.5—86);

C — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см³ окиси железа;

m_2 — массовая доля двуокиси титана, % (определяют по ГОСТ 2642.6—86);

C_1 — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см³ двуокиси титана (находят умножением C_2 на 1,565);

C_2 — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см³ окиси алюминия.

4.4.2. Массовую долю окиси алюминия (X_2) в процентах при определении ее методом последовательного титрования вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - K \cdot V_1) \cdot C_2}{m} \cdot 100,$$

где V — объем раствора трилона Б, см³;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

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

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

m — масса навески, г.

4.4.3. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,5 до 1,0 включ.	0,07
Св. 1,0 » 2,0 »	0,10
» 2,0 » 5,0 »	0,15
» 5,0 » 10,0 »	0,20
» 10,0 » 25,0 »	0,30
» 25,0 » 50,0 »	0,4
» 50,0 » 99,0 »	0,5

5. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ В ХРОМСОДЕРЖАЩИХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

5.1. Сущность метода

Окись алюминия определяют из аликвотной части исходного раствора после отделения двуокиси кремния, окиси хрома и выделения гидроокисей гексаметилентетрамином. Алюминий отделяют гидроокисью натрия в виде алюмината натрия. В фильтрате определяют окись алюминия методом обратного титрования избытка трилона Б раствором сернокислой меди при pH от 4,8

до 5 с индикатором ПАН. Затем алюминий связывают фтористым натрием и выделенный трилон Б оттитровывают раствором сернокислой меди.

5.2. Реактивы и растворы

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1.

Уротропин (гексаметилентетрамин), растворы 300 и 10 г/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 300 г/дм^3, хранят в сосуде из пластмассы.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор 30 г/дм^3.

Промывной раствор: в 100 см^3 раствора хлористого натрия растворяют 0,5 г гидроокиси натрия.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор молярной концентрации 2 моль/дм^3.

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

Универсальная индикаторная бумага.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Индикатор 1,2-(пиридил-азо)-2 нафтол (ПАН), препарат фирмы «Chemapol» (ЧССР) или «Reanal» (ВНР), спиртовый раствор 2 г/дм^3.

Медь (II) сернокислая 5-водная (сульфат меди) по ГОСТ 4165—78, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3: 12,486 г сульфата меди растворяют в воде, подкисляют 4 см^3 серной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки, перемешивают.

Алюминий марки А 995 по ГОСТ 11069—74, стружка или алюминий марки 99,99Р по СТ СЭВ 951—78.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, насыщенный раствор; хранят в сосуде из пластмассы, перед употреблением подкисляют раствором уксусной кислоты по универсальной индикаторной бумаге до pH 4,8—5,0.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3: 18,613 г трилона Б растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор окиси алюминия: навеску алюминия массой 1,3485 г помещают в стакан вместимостью 400 см^3, накрывают часовым стеклом, растворяют в 40 см^3 воды и 50 см^3 соляной кислоты при нагревании. После растворения раствор ох-

лаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация стандартного раствора содержит 0,002548 г/см³ окиси алюминия (коэффициент пересчета с металлического алюминия равен 1,89).

Для установки массовой концентрации раствора трилона Б по окиси алюминия отбирают бюреткой 25 см³ стандартного раствора окиси алюминия в стакан вместимостью 400 см³, нейтрализуют раствором аммиака до получения pH от 2,5 до 3 по универсальной индикаторной бумаге, затем в раствор приливают из бюретки 50 см³ раствора трилона Б и кипятят 3 мин. Раствор охлаждают и при помощи раствора аммиака, добавляемого по каплям, и 10 см³ буферного раствора устанавливают pH раствора до значения 4,8—5,0.

Добавляют несколько капель раствора индикатора ПАН и избыточное количество трилона Б оттитровывают раствором сернокислой меди до перехода желтой окраски в сине-фиолетовую. Затем в раствор добавляют 30 см³ насыщенного раствора фтористого натрия и кипятят 3 мин. Насыщенный раствор фтористого натрия необходимо перед добавлением подкислять раствором уксусной кислоты по универсальной индикаторной бумаге до pH 4,8—5,0. Выделенный трилон Б, эквивалентный присутствующему алюминию, титруют раствором сернокислой меди, как указано выше.

Массовую концентрацию 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б (C) в г/см³ окиси алюминия вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V \cdot K},$$

где m — масса окиси алюминия в аликвотной части раствора, г;

V — объем 0,05 моль/дм³ раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование выделившегося трилона, Б, см³;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди, найденное в присутствии индикатора ПАН.

5.3. **Проведение анализа**

В стакан вместимостью 400 см³ отбирают пипеткой аликвотную часть 100 см³ исходного раствора, полученного по ГОСТ 2642.3—86, разд. 6, добавляют 5 см³ соляной кислоты и нагревают до кипения. Затем нейтрализуют раствором аммиака до выпадения осадка гидроокисей, который растворяют в нескольких каплях соляной кислоты. Приливают раствор уротропина (300 г/дм³) до полного осаждения гидроокисей и дают еще 15—20 см³ его в избыток. Содержимое нагревают до температуры

не выше 70 °С в течение 10 мин. Остывший осадок фильтруют на фильтр средней плотности и промывают теплым раствором уротропина (10 г/дм³). Фильтрат сохраняют для определения окисей кальция и магния.

Осадок с фильтра смывают струей воды в стакан, в котором велось осаждение, остаток осадка растворяют на фильтре горячим раствором соляной кислоты. Фильтр промывают водой. В стакан добавляют 5 см³ соляной кислоты и нагревают до полного растворения осадка гидроокисей. В стакан из пластмассы вместимостью 250 см³ помещают 50 см³ раствора гидроокиси натрия и нагревают на водяной бане. Затем в нагретый раствор приливают теплый анализируемый раствор после растворения гидроокисей. Раствор перемешивают и выдерживают 1 ч на водяной бане. Затем осадок отделяют фильтрованием на фильтр средней плотности. Осадок тщательно промывают промывным раствором. Фильтрат, содержащий алюминат натрия, подкисляют соляной кислотой до pH 2 по универсальной индикаторной бумаге.

Если анализируемая проба содержит до 5% окиси алюминия, используют весь фильтрат, если более 5%, то раствор переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой, перемешивают и берут для определения аликвотную часть этого раствора, равную 100 см³.

В подкисленный раствор прибавляют раствор трилона Б с избытком (25 см³) и кипятят 3 мин. Далее определение ведут по п. 5.2.

5.4. **Обработка результатов**

5.4.1. Массовую долю окиси алюминия (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot C \cdot K \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

где V — объем 0,05 моль/дм³ раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование выделенного количества трилона Б, см³;

C — массовая концентрация 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б по окиси алюминия, г/см³;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

V_1 — общий объем исходного раствора, см³;

m — масса навески, г.

V_2 — объем аликвотной части исходного раствора, см³;

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 5,0 включ.	0,15
Св. 5,0 до 10,0 »	0,20
» 10,0	0,30

6. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ В МАГНЕЗИАЛЬНЫХ И МАГНЕЗИАЛЬНО-ИЗВЕСТКОВЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси алюминия до 1%)

6.1. Сущность метода

В растворе в присутствии тиогликолевой кислоты и ацетатного буферного раствора алюминий образует с эриохромцианином соединение красно-фиолетового цвета, оптическую плотность которого измеряют при длине волны 535 нм или при употреблении зеленого светофильтра.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический лабораторный.

pH-метр со стеклянным и насыщенным каломельным электродом или другими соответствующими электродами.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоживают при (400±20) °С.

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

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, насыщенный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:4 и раствор молярной концентрации эквивалента 1 моль/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Индикатор метиловый красный, спиртовый раствор 1 г/дм^3.

Натрий тиогликолевый, раствор: 1,5 г тиогликолевого натрия растворяют в 450 см^3 воды и прибавляют 50 см^3 этилового спирта; срок годности 3 дня.

Эриохромцианин R, раствор 10 г/дм^3, эриохромцианин растворяют в воде, подкисляют раствором соляной кислоты (1:1) до pH 2,8, что проверяют pH-метром; хранят в сосуде из темного стекла.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Ацетатный буферный раствор pH 6: 278 г уксуснокислого аммония и 109 г уксуснокислого натрия отдельно растворяют в воде. После растворения растворы смешивают и разбавляют водой до 1000 см³. Рабочий раствор готовят разбавлением данного раствора в соотношении 1:5. Измеряют на pH-метре. pH полученного раствора должен находиться в интервале от 5,9 до 6,0.

Алюминий марки 99,99 Р по СТ СЭВ 951—78 или алюминий марки А 995 по ГОСТ 11069—74, стружка.

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

Стандартный раствор окиси алюминия: 0,5291 г металлического алюминия помещают в стакан вместимостью 250 см³, накрывают часовым стеклом и растворяют в 50 см³ соляной кислоты при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки, перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси алюминия 0,0010 г/см³ (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор: отбирают пипеткой 50 см³ стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой, перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией окиси алюминия 0,0001 г/см³ (раствор Б).

Градуировочный стандартный раствор: отбирают 50 см³ градуировочного стандартного раствора Б в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят водой до метки и перемешивают; готовят в день применения. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией окиси алюминия 0,00001 г/см³ (раствор В).

6.3. **Проведение анализа**

6.3.1. В стакан вместимостью 250 см³ отбирают аликвотную часть 50 см³ исходного раствора после выделения двуокиси кремния по ГОСТ 2642.3—86, разд. 2 (раствор 1), добавляют несколько капель азотной кислоты и доводят до кипения. Затем в стакан добавляют 10 см³ насыщенного раствора хлористого аммония и раствор аммиака (1:1) до слабого запаха. Осадок гидроокисей выдерживают на теплом месте 10—15 мин.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают горячей водой, растворяют на фильтре подогретым раствором азотной кислоты (1:4) и промывают фильтр горячей водой, собирая весь раствор в стакан, в котором проводилось осаждение. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки, перемешивают.

При массовой доле двуокиси кремния до 1 % допускается проводить анализ из отдельной навески, разложенной сплавлением со смесью углекислого натрия и тетраборнокислого натрия в со-

отношении 2:1, исключив процедуру отделения полуторных окислов.

Для определения окиси алюминия отбирают аликвотную часть раствора 5—10 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 1 каплю раствора метилового красного и нейтрализуют раствором аммиака (1:1), а затем приливают раствор азотной кислоты 1 моль/дм³ точно до перехода окраски индикатора. Добавляют 25 см³ раствора тиогликолевого натрия, 6 см³ раствора эриохромцианина R и 20 см³ ацетатного буферного раствора. Доводят до метки водой, перемешивают и точно через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 535 нм или при использовании зеленого светофильтра. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реактивы.

Массовую долю окиси алюминия в граммах находят по градуировочному графику, который строят в тех же условиях.

6.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0 см³ градуировочного стандартного раствора алюминия В, прибавляют в каждую колбу по одной капле раствора метилового красного и далее поступают, как указано в п. 6.3.1. По измеренным значениям оптической плотности и соответствующим им массам окиси алюминия в граммах строят градуировочный график.

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Массовую долю окиси алюминия (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m \cdot V(V_1)}{m_1 \cdot V_2(V_3)} \cdot 100,$$

где m — масса окиси алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

V (V_1) — общие объемы исходных растворов, см³;

m_1 — масса навески, г;

V_2 (V_3) — объемы аликвотных частей исходных растворов, см³.

6.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 0,5 включ.	0,03
Св. 0,5 » 1,0 »	0,06

7. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ В МАГНЕЗИАЛЬНЫХ, МАГНЕЗИАЛЬНО-ИЗВЕСТКОВЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси алюминия от 1 до 5%)

7.1. Сущность метода

Метод основан на переводе алюминия в алюминат натрия и последующем обратном комплексонометрическом титровании избытка трилона Б раствором уксуснокислого цинка при pH 5,5 с ксиленоловым оранжевым. Затем алюминий связывают фтористым натрием и выделенный трилон Б титруют снова раствором уксуснокислого цинка.

7.2. Реактивы и растворы

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 300 г/дм^3; хранят в полиэтиленовом сосуде.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1.

Уротропин (гексаметилентетрамин) и раствор 300 г/дм^3.

Алюминий марки А1 99,99 Р по СТ СЭВ 951—78 или алюминий марки А 995 по ГОСТ 11069—74, стружка.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823—78, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3: 10,972 г уксуснокислого цинка растворяют в воде, прибавляют 2 см^3 уксусной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают. Допускается применение раствора молярной концентрации 0,025 моль/дм^3.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Буферный раствор: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1000 см^3 воды, прибавляют 100 см^3 уксусной кислоты и перемешивают.

Индикатор ксиленоловый оранжевый, смесь с хлористым натрием в соотношении 1:100.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, насыщенный раствор, перед применением подкисляют уксусной кислотой по ксиленоловому оранжевому до перехода окраски раствора в желтый цвет.

Бумага индикаторная универсальная.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоживают при (400±20) °С.

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

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

ной концентрации 0,05 моль/дм³: 18,613 г трилона Б растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Допускается применение раствора молярной концентрации 0,025 моль/дм³.

7.2.1. Массовую концентрацию 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б устанавливают по стандартному раствору окиси алюминия.

Для этого навеску металлического алюминия массой 0,5291 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, накрывают часовым стеклом и растворяют в 50 см³ соляной кислоты при нагревании.

После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки, перемешивают. Из полученного раствора отбирают аликвотную часть 100 см³ в стакан вместимостью 400 см³ и нейтрализуют раствором аммиака (1:1) до получения pH 2—3 по универсальной бумаге. Затем в раствор приливают 50 см³ раствора трилона Б, добавляют небольшое количество смеси ксиленолового оранжевого с хлористым натрием и кипятят 3 мин.

После охлаждения раствор нейтрализуют раствором аммиака (1:1) до перехода окраски ксиленолового оранжевого из желтого цвета в красно-фиолетовый. Затем прибавляют 3—5 г твердого уротропина и по каплям раствор соляной кислоты (1:1) до перехода окраски раствора в желтый цвет (pH 5,5). Снова кипятят 3 мин, охлаждают до комнатной температуры и разбавляют водой до 250 см³. Если раствор фиолетового цвета, то прибавляют несколько капель уксусной кислоты до перехода в желтый цвет.

Избыток трилона Б оттитровывают 0,05 моль/дм³ раствором уксуснокислого цинка до появления красно-фиолетовой окраски. Затем в раствор добавляют 30 см³ насыщенного раствора фтористого натрия и кипятят 3 мин. Насыщенный раствор фтористого натрия перед добавлением необходимо подкислять уксусной кислотой по ксиленоловому оранжевому до перехода окраски раствора в желтый цвет. Выделенный трилон Б, эквивалентный присутствующему алюминию, титруют после охлаждения до комнатной температуры 0,05 моль/дм³ раствором уксуснокислого цинка, как указано выше.

Определяют соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка: к 25 см³ 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б добавляют 10 см³ буферного раствора и индикатор ксиленоловый оранжевый и титруют 0,05 моль/дм³ раствором уксуснокислого цинка до перехода желтого цвета в красный.

Соотношение между этими растворами (K_1) вычисляют по формуле

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

где V — объем 0,05 моль/дм³ раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см³.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C) в г/см³ окиси алюминия вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{K_1 \cdot V} \cdot 1{,}8900,$$

где m — масса навески алюминия в аликвотной части стандартного раствора окиси алюминия, г;

V — объем 0,05 моль/дм³ раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см³;

1,8900 — коэффициент пересчета алюминия на окись алюминия.

Теоретическая массовая концентрация 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, выраженная в г/см³ окиси алюминия, равна 0,0025485.

7.3. Проведение анализа

Для определения окиси алюминия применяют аликвотную часть исходного раствора (фильтрата) после выделения двуокиси кремния по ГОСТ 2642.3—86.

В стакан вместимостью 400 см³ отбирают 100 см³ раствора 1, добавляют 10—15 см³ раствора соляной кислоты (1:1), несколько капель азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают до кипения. Затем раствор нейтрализуют по каплям раствором аммиака (1:1) до выпадения осадка гидроокисей, который растворяют в нескольких каплях соляной кислоты и приливают раствор уротропина до выпадения осадка гидроокисей и еще в избыток 15—20 см³. Содержимое стакана нагревают до температуры не выше 70 °С в течение 5—10 мин. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают водой.

Промытый осадок вместе с фильтром помещают в стакан, в котором проводилось осаждение. Прибавляют раствор соляной кислоты до растворения осадка и 25 см³ раствора гидроокиси натрия. Отфильтровывают алюминат натрия, фильтрат собирают в стакан вместимостью 600 см³, осадок на фильтре тщательно отмывают горячей водой. Затем фильтрат подкисляют раствором соляной кислоты (1:1) до получения pH 2—3 (по универсальной индикаторной бумаге).

В подкисленный раствор прибавляют 25 см³ 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, ксиленоловый оранжевый и кипятят 3 мин. Далее определение ведут по п. 7.2.1 при установке массовой концентрации трилона Б по окиси алюминия.

Допускается проводить анализ на отдельной навеске пробы, разложенной сплавлением по ГОСТ 2642.5—86.

7.4. **Обработка результатов**

7.4.1. Массовую долю окиси алюминия (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{V \cdot K_1 \cdot C \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

где V — объем 0,05 моль/дм³ раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование выделенного количества трилона Б фтористым натрием, см³;

K_1 — соотношение между 0,05 моль/дм³ растворами трилона Б и уксуснокислого цинка;

C — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см³ окиси алюминия;

V_1 — общий объем исходного раствора, см³;

m — масса навески, г.

V_2 — объем аликвотной части раствора, см³;

7.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля окиси алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1,0 до 2,0 включ.	0,10
Св. 2,0 » 5,0 »	0,20

8. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ В АЛЮМОСИЛИКАТНЫХ, КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ И КАРБИДКРЕМНИЕВЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси алюминия свыше 1 %)

8.1. Метод распространяется на огнеупорные глины, каолины, изделия шамотные, графито-шамотные и полукислые, а также алюмосиликатные и глиноземистые материалы и изделия с массовой долей окиси алюминия до 95%, на огнеупорные материалы и изделия с массовой долей двуокиси кремния 80 % и более и на огнеупорные изделия, содержащие карбид кремния.

8.2. Определение массовой доли окиси алюминия методом обратного комплексонометрического титрования с применением растворов молярной концентрации 0,05 моль/дм³ трилона Б и уксуснокислого цинка в качестве титранта, ксиленолового оранжевого в качестве индикатора проводят по ГОСТ 13997.7—84, разд. 4, используя навеску для анализа массой 0,5 г.

8.3. Для определения окиси алюминия в алюмосиликатных и кремнеземистых материалах и изделиях используют аликвотную

часть исходного раствора (фильтрата) после выделения двуокиси кремния по ГОСТ 2642.3—86, разд. 8, 10.

8.4. Для определения массовой доли окиси алюминия в огнеупорных материалах и изделиях, содержащих карбид кремния, используют аликвотную часть исходного раствора (фильтрата) после удаления кремния по ГОСТ 10153—70.

8.5. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля окиси алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1,0 до 2,0 включ.	0,09
Св. 2,0 » 5,0 »	0,13
» 5,0 » 10,0 »	0,17
» 10,0 » 15,0 »	0,20
» 15,0 » 35,0 »	0,30
» 35,0 » 60,0 »	0,4
» 60,0	0,5

9. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ В КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси алюминия до 1,5%)

9.1. Метод распространяется на огнеупорные материалы и изделия с массовой долей двуокиси кремния от 80% и более.

Метод не распространяется на огнеупорные материалы и изделия, содержащие бескислородные соединения кремния, например, карбид кремния.

9.2. Сущность метода

Метод основан на образовании в слабокислой среде окрашенного в красный цвет комплекса алюминия с хромазуролом С и на измерении оптической плотности раствора при длине волны 544 нм.

9.3. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический лабораторный.

pH-метр.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, разбавленная 1:1 и 1:50.

Кислота аскорбиновая, раствор 5 г/дм^3.

Кислота тиогликолевая, свежеприготовленный раствор 1:100.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1, 1:50.

Хромазурол С, свежеприготовленный раствор 0,5 г/дм^3.

Натрий уксунокислый 3-водный по ГОСТ 199—78.

Буферный раствор pH 5,5: 270 г уксуснокислого натрия растворяют в 640 см³ воды, добавляют около 20 см³ уксусной кислоты, pH раствора контролируют pH-метром.

Алюминий марки А 995 по ГОСТ 11069—74, стружка.

Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329—77.

Стандартные растворы окиси алюминия:

1,0584 г металлического алюминия помещают в стакан вместимостью 400 см³, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании в 100 см³ раствора соляной кислоты. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 2000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси алюминия 0,0010 г/см³ (раствор А).

50 см³ стандартного раствора А отмеряют пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 см³, прибавляют 10 см³ раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают, или 0,9305 г сернокислого калий-алюминия растворяют в 500 см³ воды, прилнвают 20 см³ раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси алюминия 0,00005 г/см³ (раствор Б).

Градуировочный стандартный раствор: 20 см³ стандартного раствора Б отмеряют пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 см³, прилнвают 10 см³ раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией окиси алюминия 0,000001 г/см³ (раствор В).

Раствор В готовят непосредственно перед применением.

9.4. **Проведение анализа**

9.4.1. Из исходного раствора после выделения двуокиси кремния по ГОСТ 2642.3—86, разд. 10 в стакан вместимостью 250 см³ отбирают пипеткой аликвотную часть, содержащую от 0,00002 до 0,0001 г окиси алюминия, раствор разбавляют водой до объема около 150 см³, добавляют 3 см³ раствора аскорбиновой кислоты и 10 см³ раствора тиогликолевой кислоты. pH раствора устанавливают раствором аммиака (1:1) или раствором уксусной кислоты (1:1) до значения около pH 5. Конечную доводку pH выполняют раствором аммиака (1:50) или раствором уксусной кислоты (1:50) до значения pH (5,5±0,2). К полученному раствору добавляют 10 см³ раствора хромазурола С и 10 см³ буферного раствора. pH раствора, измеренное pH-метром, не должно превышать 5,5. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор ос-

тавляют на 15 мин и в течение следующих 15 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 544 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу окиси алюминия в граммах находят по градуировочному графику.

9.4.2. Построение градуировочного графика

В восемь из девяти стаканов вместимостью по 250 см^3 отмеряют бюреткой 5; 10; 20; 30; 40; 60; 80 и 100 см^3 градуировочного стандартного раствора В, что соответствует 0,000005; 0,000010; 0,000020; 0,000030; 0,000040; 0,000060; 0,000080 и 0,000100 г окиси алюминия, доливают водой до объема около 150 см^3 и далее анализ проводят, как указано в п. 9.4.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартный раствор алюминия.

По найденным средним арифметическим значениям оптической плотности из трех серий опытов и соответствующим им массам окиси алюминия в граммах строят градуировочный график.

9.5. Обработка результатов

9.5.1. Массовую долю окиси алюминия (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \cdot 100,$$

где m_1 — масса окиси алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем исходного раствора, см^3;

m — масса навески, г.

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

9.5.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 6.

Таблица 6

Массовая доля окиси алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 0,5 включ.	0,03
Св. 0,5 до 1,0 »	0,06
» 1,0 » 1,5 »	0,09

Изменение № 1 ГОСТ 2642.4—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси алюминия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 11.04.90 № 856

Дата введения 01.01.91

На обложке и первой странице под обозначением стандарта заменить обозначения: **СТ СЭВ 972—78 и СТ СЭВ 973—78** на **СТ СЭВ 6585—89.**

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «атомно-абсорбционный метод определения окиси алюминия в магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях при массовой доле окиси алюминия более 0,05 %»;

заменить ссылки: СТ СЭВ 972—78 и СТ СЭВ 973—78 на СТ СЭВ 6585—89.

Пункты 2.2, 3.2. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 5.2. Исключить ссылку: СТ СЭВ 951—78

Раздел 6. Наименование Заменить слова: «до 1 %» на «от 0,05 до 1,0 %».

Пункт 6.2. Третий абзац изложить в новой редакции:

«Кислота уксусная по ГОСТ 61—75»;

четвертый, пятый абзацы исключить;

седьмой абзац Исключить слово: «и»;

восьмой абзац. Заменить слова: «эквивалента 1 моль/дм³» на «эквивалента 1,0 моль/дм³ (70,0 см³ азотной кислоты разбавляют водой до 1000 см³ и перемешивают)»,

десятый абзац. Заменить слова: «раствор 1 г/дм³» на «раствор с массовой долей 0,1 %»,

одиннадцатый, двенадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Кислота тиогликолевая, раствор 1:1.

Мочевина.

Эриохромцианин *R*, индикатор: 0,14 г эриохромцианина R растирают в фарфоровой чашке в 0,3 см³ азотной кислоты. Смесь после добавления воды и 0,05 г мочевины переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в бутыли из темного стекла; устойчив приблизительно 4 мес»,

после слов «в интервале от 5,9 до 6,0» дополнить словами: «pH раствора корректируется с помощью уксусной кислоты»; дополнить абзацем:

«Водорода перекись по ГОСТ 177—88, раствор с массовой долей 30 %»;

заменить слова. «по ГОСТ 3118—77 разбавленная 1:1» на «по ГОСТ 3118—77 и раствор 0,1 моль/дм³»;

три последних абзаца изложить в новой редакции: «Стандартный раствор окиси алюминия. 0,5291 г металлического алюминия помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 50 см³ соляной кислоты и 2—3 см³ раствора перекиси водорода, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки, перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 1,000 мг окиси алюминия (раствор А).

Разбавленный стандартный раствор: отбирают пипеткой 50 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. 1 см³ разбавленного стандартного раствора содержит 0,100 мг окиси алюминия (раствор Б).

Градуировочный разбавленный стандартный раствор окиси алюминия: отбирают пипеткой 50 см³ раствора Б в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят раствором соляной кислоты 0,1 моль/дм³ до метки и перемешивают. Раствор готовят в день применения. 1 см³ градуировочного раствора содержит 0,010 мг окиси алюминия (раствор В)»;

исключить ссылку: СТ СЭВ 951—78.

(Продолжение см. с. 158)

Пункт 6.3.1. Первый абзац после слова «отбирают» дополнить словом: «пипеткой»; после слов «(раствор 1)» дополнить словами: «или разд. 11», после слова «кислоты» дополнить словами: «накрывают часовым стеклом»;

второй абзац дополнить словами: «Этот раствор сохраняют для определения окиси алюминия»;

третий абзац после слов «в соотношении 2:1» дополнить словами: «или по ГОСТ 2642.3—86, разд. 12».

четвертый абзац после слов «окиси алюминия» дополнить словами: «из исходного раствора»;

заменить слова: «25 см³ раствора тиогликолевого натрия» на «0,2 см³ раствора тиогликолевой кислоты»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Массовую концентрацию окиси алюминия находят по градуировочному графику, который строят в тех же условиях»

Пункт 6.3.2. Исключить значение: 1,5; после значения 4,0 дополнить значением: 5,0; после слов «алюминия В» дополнить словами: «и 4,5; 4,0; 3,0; 2,0; 1,0; и 0 см³ раствора соляной кислоты 0,1 моль/дм³»; заменить слово: «массам» на «массовым концентрациям».

Пункт 6.4.1 изложить в новой редакции: «6.4.1. Массовую долю окиси алюминия (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{C \cdot V \cdot V_1 \cdot 10^{-1}}{m \cdot V},$$

где C — массовая концентрация окиси алюминия, найденная по градуировочному графику, мг/см³;

V — общий объем исходного раствора, см³;

V_1 — общий объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески пробы, г;

V — объем аликвотной части исходного раствора, см³».

Пункт 6.4.2. Таблицу 3 изложить в новой редакции:

Таблица 3

Массовая доля окиси алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,05 до 0,10 включ.	0,008
Св. 0,10 » 0,20 »	0,015
» 0,20 » 0,50 »	0,03
» 0,50 » 1,00 »	0,06

Раздел 7. Наименование. Заменить слова: «от 1 до 5 %» на «свыше 1 %».

Пункт 7.1 после слов «алюминия в» дополнить словами: «растворимую форму».

Пункт 7.2. Третий, пятый абзацы. Заменить слова: «раствор 300 г/дм³» на «раствор с массовой долей 30 %»;

восьмой абзац. Заменить значение 10,972 на 10,975;

десятый абзац. После слов: «уксусной кислоты» дополнить словами: «чтобы pH составлял 6,2»;

тринадцатый абзац изложить в новой редакции: «Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, насыщенный раствор»;

пятнадцатый—семнадцатый абзацы исключить;

дополнить абзацами (перед последним):

«Водорода перекись по ГОСТ 177—88.

Стандартный раствор окиси алюминия: 0,5291 г металлического алюминия помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 50 см³ соляной кислоты

(Продолжение см. с. 159)

и 2—3 см³ раствора перекиси водорода, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,001 г окиси алюминия»;

исключить ссылку: СТ СЭВ 951—78.

Пункт 7.2.1. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «В стакан вместимостью 400 см³ помещают 100 см³ стандартного раствора окиси алюминия и нейтрализуют раствором аммиака до получения pH 2—3 по универсальной бумаге. Затем в раствор прибавляют из бюретки в избыток 50 см³ раствора трилона Б, добавляют небольшое количество индикатора ксиленового оранжевого и кипятят 3 мин»;

восьмой абзац изложить в новой редакции: «Массовую концентрацию раствора трилона *Б(С)* в граммах на кубический сантиметр окиси алюминия вычисляют по формуле

$$C = \frac{100 \cdot 0{,}001}{V \cdot K_1},$$

где 100 — объем стандартного раствора окиси алюминия, см³;

0,001 — масса окиси алюминия в 1 см³ стандартного раствора окиси алюминия, г;

V — объем 0,05 моль/дм³ раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование выделенного количества трилона Б, см³;

K_1 — соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка».

Пункт 7.3. Первый абзац дополнить словами: «разд. 11.3»;

второй абзац. Заменить слова: «отбирают 100 см³ раствора 1» на «отбирают пипеткой 100 см³ раствора»;

после слов «до выпадения» дополнить словом: «первого»; заменить слова: «Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают водой» на «Допускается проводить осаждение гидроокисей раствором аммиака, приливая его до слабого запаха. Стакан с выпавшим осадком доводят до кипения, отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают водой»;

третий абзац изложить в новой редакции: «Промытый осадок вместе с фильтром помещают в стакан, в котором проводилось осаждение. Прибавляют теплый раствор соляной кислоты до растворения осадка, нагревают 3—5 мин, затем прибавляют 25 см³ раствора гидроокиси натрия, нагревают и перемешивают. Осадок фильтруют на плотный фильтр и тщательно промывают горячей водой. Затем фильтр подкисляют раствором соляной кислоты (1:1) до получения pH 2—3 (по универсальной индикаторной бумаге)».

Пункт 7.4.1 изложить в новой редакции: «7.4.1. Массовую долю окиси алюминия в процентах, установленную из аликвотной части раствора (X_5) и из отдельной навески (X'_5), вычисляют по формулам:

$$X_5 = \frac{V_1 \cdot C \cdot V_2 \cdot K}{m} \cdot 100;$$

$$X'_5 = \frac{V_1 \cdot C \cdot K}{m \cdot V} \cdot 100,$$

где V_1 — объем 0,05 моль/дм³ раствора уксуснокислого цинка, израсходованного на титрование выделенного количества трилона Б в присутствии фтористого натрия, см³;

C — массовая концентрация 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, выраженная в г/см³ окиси алюминия;

V_2 — общий объем исходного раствора, см³;

K — соотношение между растворами 0,05 моль/дм³ трилона Б и уксуснокислого цинка;

m — масса навески пробы, г;

V — объем аликвотной части исходного раствора, см³».

Пункт 7.4.2. Таблицу 4 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 160)

Таблица 4

Массовая доля окиси алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1,0 до 2,00 включ.	0,10
Св. 2,00 » 5,00 »	0,20
» 5,00	0,25

Стандарт дополнить разделом — 10:

«10. **Атомно-абсорбционный метод определения окиси алюминия в магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле окиси алюминия свыше 0,05 %)**

10.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции раствора пробы в пламени закись азота-ацетилен при резонансной длине волны 309,3 нм.

10.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для алюминия.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1:1 и 1:4.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоживают при температуре (400±20) °С

Смесь для сплавления. углекислый натрий и тетраборнокислый натрий смешивают в соотношении 2:1.

Натрия перекись.

Магния окись по ГОСТ 4526—75, раствор А: в стакан вместимостью 400 см³ взвешивают 5,0 г окиси магния и растворяют при нагревании в 100 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Затем в воде растворяют 5,0 г углекислого натрия и 9,5 г тетраборнокислого натрия. Раствор подкисляют 150 см³ соляной кислоты 1:1. Углекислый газ удаляют кипячением. Растворы охлаждают, соединяют и переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают; раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Магния окись, раствор Б: в стакан вместимостью 400 см³ взвешивают 5,0 г окиси магния и осторожно растворяют при нагревании в 220 см³ раствора соляной кислоты 1:4. Затем в 100 см³ воды растворяют 20 г перекиси натрия. После этого растворы соединяют и нагревают 5—10 мин до кипения. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 30 %.

Алюминий марки А199,99 Р или марки А995 по ГОСТ 11069—74, стружка.

Стандартный раствор окиси алюминия: 0,5291 г алюминия помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 50 см³ соляной кислоты и 2—3 см³ раствора перекиси водорода, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 1,000 мг окиси алюминия.

10.3. Подготовка к анализу

10.3.1. Кислотное растворение пробы с последующим сплавлением нерастворившегося остатка со смесью для сплавления.

Навеску массой 1.0 г сырья или 0,5 г обожженного материала помещают в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты 1·1, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Горячий раствор фильтруют через фильтр средней плотности. Стенки и фильтр обмывают горячей водой Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, фильтр с не-

(Продолжение см. с 161)

растворимым остатком помещают в платиновый тигель и осторожно озоляют. Остаток в тигле сплавляют с 1,0 г смеси для сплавления над горелкой. Сплав охлаждают и растворяют в 5 или максимально 10 $см^3$ раствора соляной кислоты 1 1 без нагревания и переливают в мерную колбу. Содержимое колбы доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

10 3 2. *Разложение пробы спеканием с перекисью натрия*

Навеску пробы массой 2,5 г (1,0 г при массовой доле двуокиси кремния свыше 5,0 %) тщательно смешивают в серебряном или платиновом тигле с 5 г перекиси натрия. Тигель накрывают крышкой, переносят в электрическую печь с автоматической регулировкой температуры и нагревают при температуре (500±10) °С в течение 5—7 мин.

После охлаждения содержимое тигля переносят в стакан вместимостью 600 $см^3$ и приливают 100 $см^3$ воды для выщелачивания спеченной пробы. Остаток пробы на стенках тигля растворяют в 20 $см^3$ раствора соляной кислоты 1:4 и добавляют в стакан с пробой. Тигель с крышкой ополаскивают водой, стакан накрывают часовым стеклом и приливают 35 $см^3$ раствора соляной кислоты 1:4. Содержимое стакана немного нагревают до растворения и разложения углекислого газа и перекиси водорода. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

10.3.3. Приготовленные по п. 10.3.1 или 10 3.2 растворы должны быть прозрачными. Если при анализе проб с высоким содержанием двуокиси кремния возникли затруднения, связанные с удержанием его в растворе, или раствор мутный вследствие других причин, аликвотную часть раствора, используемого для определения алюминия, нужно фильтровать через сухой плотный фильтр в сухой стакан. Первые две порции фильтрата отбрасывают, следующую порцию используют для определения.

10.4. Проведение анализа

10 4.1. Раствор пробы, приготовленный по п. 10.3.1 или 10.3 2, распыляют в пламени закись азота-ацетилен, слегка обогащенном ацетиленом. Используют резонансную длину волны 309,3 нм. Остальные условия измерений—в соответствии с рекомендациями инструкции к прибору. Записывают значения сигнала из трех измерений. Одновременно с анализом пробы градуируют прибор по стандартным растворам или растворам стандартных образцов, приготовленным по п. 10.3.1 или 10.3.2.

При определении концентрации окиси алюминия более 1,60 % (или 3,2 % при массе навески 0,5 г) растворы анализируемой пробы следует разбавить водой так, чтобы концентрация солей магния и щелочных металлов осталась на

(Продолжение см. с. 162)

уровне неразбавленного раствора пробы. Для этого в растворы перед разбавлением добавляют раствор окиси магния А (при приготовлении раствора пробы по п. 10.3.1) или раствор окиси магния Б (при приготовлении раствора пробы по п. 10.3.2).

10.4.2. Для градуировки прибора непосредственно в единицах концентрации или для построения градуировочного графика готовят стандартные растворы в диапазоне концентрации от 5,0 до 160,0 мг/см^3 окиси алюминия.

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см^3 отмеряют из бюретки: 0,5; 2,0; 5,0; 8,0; 12,0 и 16,0 см^3 стандартного раствора окиси алюминия.

Во все колбы добавляют по 50 см^3 раствора окиси магния А или Б, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Измерение значений атомной абсорбции стандартных растворов проводят непосредственно перед измерением атомной абсорбции раствора пробы и повторяют после окончания измерений в тех же условиях. На основе полученных средних результатов строят градуировочный график. Массовую долю окиси алюминия находят по градуировочному графику или отсчитывают непосредственно в единицах концентрации.

В процессе измерений атомной абсорбции неоднократно проверяют правильность результатов измерений по растворам стандартных образцов.

Параллельно с измерением атомной абсорбции растворов проб и стандартных растворов измеряют атомную абсорбцию раствора контрольного опыта. После каждого определения распыляют воду до установки нуля.

10.5. Обработка результатов

10.5.1. Массовую долю окиси алюминия (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{C \cdot V \cdot 10^{-1}}{m},$$

где C — массовая концентрация окиси алюминия, найденная по градуировочному графику или отсчитанная по прибору с цифровым отчетом показаний с учетом контрольного опыта, мг/см^3;

V — общий объем исходного раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

10.5.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3 и 4».

(ИУС № 7 1990 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2642.4—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси алюминия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 07.02.92 № 117

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта изложить в новой редакции: **«Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения окиси алюминия**

Refractories and refractory raw materials. Methods for the determination of aluminium oxide».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначения: **(СТ СЭВ 2217—80, СТ СЭВ 4548—84, СТ СЭВ 6585—89).**

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземоизвестковые, высокомагнезиальные, магнезиально-известковые, известковые, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные и карбидкремниевые и устанавливает методы определения окиси алюминия:

комплексонометрические при массовой доле окиси алюминия от 0,5 до 99 %;

фотометрические при массовых долях окиси алюминия 0,05 до 1 % для высокомагнезиальных и магнезиально-известковых и до 1,5 % для кремнеземистых»;

второй абзац исключить.

Пункт 2.2. Девятый абзац после значения 1:1 дополнить значением: 1:2;

заменить слова: раствор 300 г/дм³» на «раствор с массовой долей 30 %»;

после значения 0,025 моль/дм³ дополнить словами: «или 0,05 моль/дм³»;

заменить слова: «раствор 20 г/дм³» на «раствор с массовой долей 2 %»; «раствор 1 г/дм³» на «раствор с массовой долей 0,1 %»; «раствор 10 г/дм³» на «раствор с массовой долей 1 %»;

дополнить абзацами: «Цинк гранулированный. Стандартный раствор цинка: точную навеску цинка массой 0,75—0,90 г растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты (1:3), переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора цинка (C_1), г/см³, вычисляют по формуле

$$C_1' = \frac{m_1}{500},$$

где m_1 — масса навески цинка, г.

Индикатор ксиленоловый оранжевый: 0,2 г индикатора растирают с 20 г хлористого калия, смесь хранят в сосуде из темного стекла.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77».

Пункт 2.2.1 дополнить абзацами: «Допускается массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливать по стандартному раствору цинка. Для этого в коническую колбу вместимостью 300 см³ отбирают пипеткой 10 см³ раствора цинка, разбавляют водой до 100 см³, нагревают до кипения, прибавляют 10 см³ буферного раствора с pH 4,8—5,0, 0,15—0,20 г индикатора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б от малиновой до желтой окраски.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C_2'), г/см³, окиси алюминия вычисляют по формуле

$$C_2' = \frac{C_1' \cdot 10 \cdot 50{,}98}{V_2 \cdot 65{,}37},$$

где C_1' — массовая концентрация стандартного раствора цинка, г/см³;

10 — объем стандартного раствора цинка, взятый на титрование, см³;

50,98 — молекулярная масса окиси алюминия, деленная на два, г;

V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

65,37 — молекулярная масса цинка, г».

(Продолжение см. с. 120)

Пункт 2.3 дополнить абзацем: «Допускается для определения окиси алюминия использовать раствор 1 по ГОСТ 2642.3—86 (разд. 2)».

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли окиси алюминия приведены в таблице.

Массовая доля окиси алюминия, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %			
	Δ	$d_к$	d_2	$\hat{e}$
От 0,05 до 0,1 включ.	0,03	0,04	0,03	0,02
Св. 0,1 » 0,2 »	0,04	0,05	0,04	0,03
» 0,2 » 0,5 »	0,07	0,08	0,07	0,04
» 0,5 » 1 »	0,08	0,10	0,08	0,05
» 1 » 2 »	0,09	0,12	0,10	0,06
» 2 » 5 »	0,14	0,20	0,15	0,10
» 5 » 10 »	0,20	0,25	0,20	0,15
» 10 » 20 »	0,3	0,4	0,3	0,2
» 20 » 50 »	0,5	0,6	0,5	0,3
» 50 » 99 »	0,6	0,7	0,6	0,4

Раздел 3. Наименование. Заменить значение: 1 на 0,5.

Пункт 3.1 изложить в новой редакции:

«3.1. Сущность метода

Метод основан на комплексонометрическом определении окиси алюминия после предварительного отделения двуокиси кремния в кварцитах, кремнеземистых, карбидкремниевых, окисей кальция и магния в высокомагнезиальных, глиноземоизвестковых, магнезиально-известковых, магнезиально-шпинелидных, магнезиально-силикатных, окиси хрома в магнезиально-шпинелидных огнеупорных материалах и изделиях».

Пункт 3.2. Заменить слова: «раствор 250 г/дм³» на «раствор с массовой долей 25 %»; «раствор 300 г/дм³» на «раствор с массовой долей 30 %»;

после слов «по ГОСТ 7172—76» дополнить словами: «или натрий пиросернокислый»; заменить слова: «раствор 20 г/дм³» на «раствор с массовой долей 2 %»; «раствор 1 г/дм³» на «раствор с массовой долей 0,1 %»;

дополнить абзацами: «Серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 0,5 %.

Аммоний надсерно-кислый по ГОСТ 20478—75, раствор с массовой долей 20 %.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор молярной концентрации 0,05 или 0,025 моль/дм³: 13,52 или 6,76 г хлорного железа растворяют в 1000 см³ соляно-кислого раствора, приготовленного из расчета 1,5 см³ соляной кислоты на 1 см³ воды».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.2.1, 3.2.2: «3.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси алюминия

В коническую колбу вместимостью 300 см³ помещают 10 см³ стандартного раствора окиси алюминия, приготовленного по п. 2.2, приливают 2—3 см³ соляной кислоты, около 100 см³ воды, 25 см³ раствора трилона Б. Раствор нагревают до кипения, дают немного остыть и нейтрализуют раствором аммиака до красного цвета индикаторной бумаги конго, добавляют 10 см³ буферного раствора с pH-4,8—5,0, 1 см³ сульфосалициловой кислоты, охлаждают до комнатной температуры и оттитровывают избыток раствора трилона Б раствором хлорного железа до появления желто-кирпичной окраски. Проводят три параллельных титрования.

(Продолжение см. с. 121)

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C_1), г/см³, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{10 \cdot C}{(V_1 - KV_2)},$$

где 10 — объем стандартного раствора окиси алюминия, взятого по п. 2.2, см³;

C — массовая концентрация стандартного раствора окиси алюминия, г/см³;

V_1 — объем прилитого раствора трилона Б, см³;

K — соотношение раствора трилона Б и хлорного железа;

V_2 — объем раствора хлорного железа, израсходованный на титрование, см³.

3.2.2.Соотношение растворов трилона Б и хлорного железа устанавливают следующим образом: 10 см³ раствора трилона Б помещают в коническую колбу вместимостью 300 см³, приливают примерно 100 см³ воды, 10 см³ буферного раствора с pH 4,8—5,0, 1 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и титруют раствором хлорного железа до желто-кирпичной окраски. Проводят три параллельных титрования. Соотношение между растворами трилона Б и хлорного железа вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_3}{V_4},$$

где V_3 — объем раствора трилона Б, см³;

V_4 — объем раствора хлорного железа, см³».

Пункты 3.3.1, 3.3.2 изложить в новой редакции: «3.3.1. Определение окиси алюминия в кремнеземистых огнеупорных материалах и изделиях и кварцитах.

Навеску материала массой 0,5 г помещают в платиновый тигель, смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 0,5 см³ серной кислоты, 10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха на электроплитке со слабым нагревом при периодическом помешивании при помощи щипцов. Сухой остаток нагревают в муфельной печи при температуре (600±20) °С до полного удаления паров серной кислоты. Остаток в тигле смешивают с 3—5 г пиросерно-кислого калия или пиросерно-кислого натрия и сплавляют в муфельной печи до получения прозрачного расплава. Сплав помещают в стакан, растворяют горячей водой с добавлением 20 см³ раствора соляной кислоты (1:3) (раствор 1).

Полученный прозрачный раствор охлаждают до (40—50) °С, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до красного цвета бумаги конго и добавляют 15—20 см³ в избыток. Раствор с осадком кипятят 3—5 мин, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой складчатый фильтр, отбросив первые две порции фильтрата, отбирают аликвотную часть раствора 100 см³, помещают ее в коническую колбу вместимостью 300 см³, нейтрализуют соляной кислотой до синего цвета бумаги конго и дают 3—5 см³ в избыток. В полученный кислый раствор приливают от 15 до 40 см³ 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б в зависимости от массовой доли окиси алюминия и далее анализ проводят по п. 2.3.

В случае необходимости контроля окиси железа допускается последовательное определение окиси железа и окиси алюминия. При массовой доле окиси алюминия до 5 % раствор 1 переводят в коническую колбу вместимостью 300 см³, при массовой доле свыше 5 % — в мерную колбу вместимостью 250 см³ и отбирают аликвотную часть раствора 100 см³.

Определение окиси железа проводят по ГОСТ 2642.5—86 (разд 3).

К раствору после титрования железа прибавляют от 15 до 40 см³ раствора трилона Б, нагревают до 70—80 °С, нейтрализуют раствором аммиака до переходного цвета бумаги конго, приливают 10—15 см³ буферного раствора с pH 4,8—5,0, 5—7 капель индикатора ПАН и оттитровывают избыток трилона Б раствором серно-кислой меди до перехода окраски раствора из желтой в сине-фиолетовую.

Массовую долю окиси алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

(Продолжение см. с. 122)

$$X = \frac{(V - KV_1) \cdot C_2 \cdot 100}{m},$$

где V — объем прилитого раствора трилона Б, см³;

K — соотношение между растворами трилона Б и серно-кислой меди,

V_1 — объем раствора серно-кислой меди, израсходованной на титрование, см³;

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

m — масса навески, г.

Допускается использовать растворы 1 или 3, полученные по ГОСТ 2642.3—86 (разд. 2, 5).

3.3.2. Определение окиси алюминия в высокомагнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях

Навеску материала массой 0,2—0,5 г помещают в платиновый тигель, смешивают с 5—6 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при температуре (1000±50) °С в течение 15—20 мин. Остывший тигель со сплавом помещают в стакан, в который предварительно налито 60 см³ соляной кислоты (1:3), нагретой до кипения, и дальнейшее растворение ведут при нагревании на электроплитке (раствор 2).

Допускается готовить анализируемый раствор без сплавления навески. Для этого навеску материала массой 0,5 г растворяют в 30 см³ соляной кислоты (1:3) с добавлением 5—6 капель азотной кислоты. Растворение ведут при нагревании до полного растворения навески. В стакан добавляют 50—70 см³ горячей воды и доводят до кипения (раствор 2а).

В полученные растворы 2 или 2а приливают 15 см³ раствора хлористого аммония и осаждают сумму полуторных окислов и кремниевую кислоту раствором аммиака или уротропина. Отфильтровывают осадок на неплотный фильтр (красная лента), промывают его 7—8 раз горячим раствором азотно-кислого аммония. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 500 см³ (раствор 3), который может быть использован для определения окисей кальция и магния.

Промытый осадок вместе с фильтром помещают в стакан, где велось осаждение, и растворяют в 20—30 см³ соляной кислоты (1:20), раствор разбавляют водой приблизительно до 100 см³ и нагревают до кипения.

Допускается осадок полуторных окислов озолить и сплавить со смесью для сплавления с последующим растворением сплава в 60 см³ соляной кислоты (1:3).

Полученные растворы используют для последовательного определения окисей алюминия (п. 3.3.1) и железа (ГОСТ 2642.5—86 разд. 3).

Допускается в качестве обратного титранта использовать хлорное железо. Для этого в раствор после титрования железа приливают точно отмеренный объем трилона Б в количестве от 15 до 40 см³, нагревают, нейтрализуют раствором аммиака до красного цвета бумаги конго, добавляют 10 см³ буферного раствора с pH 4,8—5,0, охлаждают до комнатной температуры и титруют избыточный трилон Б раствором хлорного железа до появления желто-кирпичной окраски.

Массовую долю окиси алюминия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_2 - KV_3) \cdot C_2 \cdot 100}{m},$$

где V_2 — объем прилитого раствора трилона Б, см³;

K — соотношение растворов трилона Б и хлорного железа;

V_3 — объем раствора хлорного железа, израсходованный на титрование, см³;

C_2 — массовая концентрация раствора трилона Б по окиси алюминия, г/см³;

m — масса навески, г.

При анализе магнезиальных огнеупоров с добавкой глинозема используют исходный раствор 2, а далее ведут последовательное определение окиси железа и окиси алюминия без отделения полуторных окислов, как описано выше».

(Продолжение см. с. 123)

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.3.3, 3.3.4: «3.3.3. Определение окиси алюминия в магнезиально-шпинелидных и глиноземоизвестковых огнеупорных материалах и изделиях

Навеску материала массой 0,2—0,25 г помещают в платиновый тигель, смешивают с 5—6 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при температуре (1000±50) °С в течение 15—30 мин. Остывший тигель со сплавом помещают в стакан, в который предварительно налито 60 см³ соляной кислоты (1:3), нагретой до кипения, и растворяют при нагревании на электроплитке.

В полученный раствор прибавляют 15 см³ раствора хлористого аммония и осаждают сумму полуторных окислов и кремниевую кислоту раствором аммиака или уротропина. Отфильтровывают осадок на неплотный фильтр красная лента), промывают его 7—8 раз горячим раствором азотно-кислого аммония. Осадок полуторных окислов помещают в платиновый тигель, озоляют и сплавляют со смесью для сплавления. Тигель со сплавом опускают в стакан вместимостью 250—300 см³, в который предварительно налито 60 см³ соляной кислоты (1:3), нагретой до кипения, и дальнейшее растворение проводят при нагревании на электроплитке.

Далее анализ проводят по п. 2 3, начиная с операции нейтрализации гидроокисью натрия.

3.3.4. Определение окиси алюминия в хромсодержащих огнеупорных материалах и изделиях

3 3.4.1. Анализ проводят методом разложения пробы в смеси кислот и последующем удалении хрома в виде хлористого хромила. Для этого навеску материала массой 0,2—0,5 г растворяют в смеси 20 см³ хлорной и 10 см³ серной кислот при нагревании на электроплитке до полного разложения пробы.

При анализе необожженных огнеупорных материалов и изделий навеску пробы предварительно кипятят в 5 см³ азотной кислоты, после чего разлагают смесью хлорной и серной кислот, как описано выше. Затем для удаления хрома в виде хлористого хромила осторожно по каплям добавляют 5—6 капель соляной кислоты. После того, как раствор снова пожелтеет, операцию повторяют.

Отгонку хрома проводят, обрабатывая раствор соляной кислотой до практически полного удаления хрома. Полученный раствор охлаждают, разбавляют водой до объема примерно 60 см³ и далее анализ ведут по п. 2.3, начиная с операции нейтрализации раствором гидроокиси натрия.

3.3.4.2. Возможно проведение анализа разложением пробы смесью для сплавления, растворением сплава в серно-кислой среде и отделением окисей железа и алюминия от окиси хрома осаждением раствором аммиака.

Для этого навеску пробы массой 0,2 г смешивают с 5—7 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при температуре 1000—1050 °С до полного разложения пробы. Остывший тигель со сплавом помещают в стакан, в который предварительно налито 70 см³ серной кислоты (1:5), нагретой до 70—80 °С. Растворение сплава заканчивают на электроплитке со слабым нагревом

В остывшем прозрачном растворе осаждают сумму полуторных окислов раствором аммиака до слабого запаха. Осадок отфильтровывают на фильтр «красная лента» и промывают 7—8 раз горячим раствором азотно-кислого аммония. Фильтр с осадком опускают в стакан, в котором проводилось осаждение, приливают 10—15 см³ раствора соляной кислоты и нагревают на электроплитке со слабым нагревом в течение 1—2 мин. Затем фильтр разбивают стеклянной палочкой, и раствор разбавляют горячей водой до 60 мл. Полученный раствор нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до красного цвета бумаги конго и приливают в избыток 30 см³. Раствор с осадком кипятят 3—4 мин, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Далее анализ ведут по п. 2.3.

3.3.4.3. Допускается готовить анализируемый раствор сплавлением навески пробы с пиросульфатом калия. Для этого навеску материала массой 0,2 г сплавляют с 3—4 г пиросульфата калия в муфельной печи при температуре

(Продолжение см. с. 124)

(800±20) °С в течение 20—30 мин до полного разложения пробы. Охлажденный сплав растворяют в небольшом количестве горячей воды и переводят в стакан вместимостью 300 см³, приливают 10 см³ серной кислоты и растворяют на закрытой электроплитке до появления паров серной кислоты. После охлаждения к раствору приливают 150—200 см³ воды, 10 см³ раствора серебра азотнокислого, 20 см³ аммония надсерно-кислого; раствор хорошо перемешивают и кипятят до полного окисления хрома (оранжево-желтая окраска). К раствору добавляют 4—5 капель соляной кислоты (1:1), выдерживают на электроплитке 10 мин до разрушения окраски и коагуляции осадка хлористого серебра, охлаждают и нейтрализуют раствором аммиака до слабого запаха. Прокипятив раствор и дав осадку гидроокисей отстояться, фильтруют через фильтр «красная лента». Стакан и осадок на фильтре промывают 8—10 раз горячим раствором азотно-кислого аммония. Фильтр помещают в стакан, в котором вели осаждение, и растворяют при нагревании в 30—40 см³ соляной кислоты (1.20). Далее анализ ведут по п. 3.3.2».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси алюминия приведены в таблице».

Раздел 4. Наименование. Заменить слово и значение: **«кремнеземистых»** на **«глиноземистых»**, 0,5 на 15.

Пункт 4.1. Второй абзац исключить.

Пункт 4.2. Третий, четвертый абзацы исключить.

Пункт 4.3. Первый абзац после слов «При проведении анализа» дополнить словами: «глиноземистых и»;

пятый—седьмой абзацы исключить.

Пункт 4.4.2 исключить.

Пункт 4.4.3 изложить в новой редакции: «4.4.3. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси алюминия приведены в таблице».

Пункт 5.2. Заменить слова и ссылку: «растворы 300 и 10 г/дм³» на «растворы с массовой долей 30 и 1 %»; «раствор 300 г/дм³» на «раствор с массовой долей 30 %»; «раствор 30 г/дм³» на «раствор с массовой долей 3 %»; «раствор 2 г/дм³» на «раствор с массовой долей 0,2 %»; ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 5.4.2 изложить в новой редакции: «5.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси алюминия приведены в таблице».

Разделы 6, 7. Наименование. Заменить слово: **«магнезиальные»** на **«высокомагнезиальные»**.

Пункт 6.2. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункты 6.4.2, 7.4.2, 8.5, 9.5.2 изложить в новой редакции: «6.4.2 (7.4.2, 8.5, 9.5.2). Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси алюминия приведены в таблице».

(ИУС № 5 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru