Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕ

Методы определения оксида алюминия

ГОСТ 20300.6—90

Baddeleyite-corundum refractories.
Methods for determination of aluminium oxide

МКС 81.080
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический и комплексонометрический методы определения оксида алюминия (при массовой доле оксида алюминия от 40 до 55 %) в огнеупорных бадделеито-корундовых изделиях.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20300.1.

2. МЕТОД ОБЪЕМНОГО КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на трилонометрическом титровании избытка трилона Б раствором сернокислого цинка с индикатором ксиленоловым оранжевым при pH 5,5—5,8. Вместе с алюминием титруются титан и железо.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Цинк металлический гранулированный по ГОСТ 3640.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, растворы с массовыми долями 10 и 25 %.

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

Ксиленоловый оранжевый, водный раствор с массовой долей 0,2 %.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, х.ч.

Раствор буферный с pH 5,5—5,8; готовят следующим образом: навеску массой 100 г уксуснокислого аммония растворяют в 300—400 $см^3$ воды, для лучшего растворения раствор подогревают, при необходимости фильтруют, добавляют 10 $см^3$ раствора уксусной кислоты и разбавляют водой до 1 $дм^3$.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с массовой долей 80 %.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174, 0,025 М раствор.

Точно 0,025 М раствора соли цинка (для установки коэффициента молярности раствора трилона Б) готовят следующим образом: взвешивают 1,6345 г цинка, свежеочищенного стальным ножом от оксида, помещают в фарфоровую чашку и растворяют при нагревании на водяной бане в смеси 100 $см^3$ воды и 15 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, накрыв чашку часовым стеклом, затем тщательно смывают стекло водой, собирая ее в ту же чашку, и упаривают раствор до 3—4 $см^3$. Остаток из чашки количественно переносят, смывая стенки чашки водой, в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доводят объем раствора воды до метки.

Раствор годен в течение 1 месяца.

Коэффициент молярности 0,025 М раствора трилона Б определяют по раствору соли цинка следующим образом: к аликвотной части 25 $см^3$ точно 0,025 М раствора соли цинка прибавляют 10 $см^3$ буферного аммиачного раствора, 0,1 г индикаторной смеси эриохром черного Т или 10—12 капель раствора кислотного хромтемно-синего и 70 $см^3$ воды.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Раствор перемешивают и титруют из бюретки раствором трилона Б до перехода фиолетово-красной окраски в синюю (при применении эриохром черного Т) или малиновой в неизменяющуюся синюю (при применении кислотного хромтемно-синего). Отмечают объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование.

Коэффициент молярности 0,025 М раствора трилона Б (K) вычисляют по формуле

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

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

0,025 М рабочий раствор сернокислого цинка для титрования оксида алюминия готовят следующим образом: 7,2 г сернокислого цинка растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1 дм^3.

Коэффициент соответствия рабочего раствора сернокислого цинка определяют следующим образом: в коническую колбу для титрования отмеряют бюреткой 10 см^3 0,025 М раствора трилона Б, подкисляют его несколькими каплями соляной кислоты, прибавляют 10 см^3 воды и нагревают до 50 °С. Опускают в раствор бумагу «конго» и прибавляют аммиак по каплям до покраснения бумаги. Затем добавляют 20 см^3 ацетатного буферного раствора, нагревают до кипения и титруют из бюретки рабочим 0,025 М раствором сернокислого цинка с индикатором ксиленоловым оранжевым до перехода желтой окраски раствора в фиолетово-красную. Отмечают объем сернокислого цинка, израсходованного на титрование.

Коэффициент соответствия рабочего 0,025 М раствора сернокислого цинка (K_1) для титрования вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{K \cdot 10}{V},$$

где K — коэффициент молярности 0,025 М раствора трилона Б;

V — объем рабочего раствора сернокислого цинка, израсходованный на титрование, см^3.

2.3. Проведение анализа

В испытуемый раствор после оттитровывания циркония (см. ГОСТ 20300.3, разд. 2) добавляют 30 см^3 0,025 М раствора трилона Б и нейтрализуют сначала раствором аммиака с массовой долей 25 %, а под конец раствором аммиака с массовой долей 10 % до покраснения бумаги конго и перехода окраски индикатора из желтой в слабо-красную. Затем приливают 20 см^3 буферного раствора с pH 5,5—5,8, 10 см^3 раствора гидроксиламина и кипятят раствор 1—2 мин, после чего сразу же в горячем состоянии титруют 0,025 М раствором сернокислого цинка. Титрование продолжают до тех пор, пока окраска изменится из желтой в красную и будет оставаться постоянной. Отмечают объем 0,025 М раствора сернокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б в кубических сантиметрах.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V_1 \cdot K - V_2 \cdot K_1) \cdot 0{,}001275 \cdot 100 \cdot V}{V_3 \cdot m} - 0{,}6380X_1 - 0{,}6384X_2,$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, введенный в раствор после оттитровывания циркония, см^3;

K — коэффициент молярности 0,025 М раствора трилона Б, установленный по сернокислому цинку;

V_2 — объем 0,025 М раствора сернокислого цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см^3;

K_1 — коэффициент соответствия 0,025 М раствора сернокислого цинка;

0,001275 — масса оксида алюминия, соответствующая 1 см^3 точно 0,025 М раствора трилона Б, г;

V — общий объем раствора, см^3;

V_3 — объем аликвотной части, см^3;

m — масса пробы, г;

0,6380 — коэффициент пересчета содержания диоксида титана на содержание оксида алюминия, %;

X_1 — массовая доля диоксида титана, определяемая, как указано в ГОСТ 20300.4, разд. 3;

0,6384 — коэффициент пересчета содержания оксида железа на оксид алюминия;

X_2 — массовая доля оксида железа, определяемая, как указано в ГОСТ 20300.5, %.

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

Оценка границ случайной составляющей погрешности результата анализа составляет ± 0,3 %.

2.4.3. Комплексонометрический объемный метод определения оксида алюминия применяют при разногласиях в оценке качества.

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении суммы полуторных оксидов: диоксидов циркония и титана, оксидов железа и алюминия.

Содержание оксида алюминия вычисляют как разность между суммой полуторных оксидов в процентах и содержанием диоксида циркония, оксида железа и диоксида титана.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Тигель платиновый № 100—8 по ГОСТ 6563.

Аммиак по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 %.

Метиловый красный, спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %.

Уротропин фармакопейный, растворы с массовыми долями 0,5 и 25 %.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

3.3. Проведение анализа

Отбирают пипеткой 50 $см^3$ испытуемого раствора, полученного, как указано в ГОСТ 20300.2, разд. 2, переносят в стакан вместимостью 300 $см^3$. Раствор доводят дистиллированной водой до 150—200 $см^3$, нагревают до кипения и при быстром перемешивании стеклянной палочкой приливают к нему по каплям раствор аммиака до нейтрализации большей части кислоты. Допускается применять уротропин для осаждения полуторных оксидов по ГОСТ 20300.7, п. 3. Добавляют 2—3 капли спиртового раствора метилрота и снова прибавляют аммиак до появления желтого окрашивания раствора. Раствор кипятят 1—2 мин, выдерживают 10 мин в теплом месте, фильтруют в горячем состоянии через фильтр «белая лента». Осадок промывают горячим раствором азотнокислого аммония до исчезновения в промывных водах иона хлора (реакция раствора азотнокислого серебра с массовой долей 1 % на подкисленную азотной кислотой промывную воду).

Промытый осадок вместе с фильтром из воронки переносят в тот же стакан, где велось первое осаждение, и обрабатывают 2—3 $см^3$ концентрированной соляной кислоты при нагревании. Внутренние стенки стакана и воронки обмывают указанными 2—3 $см^3$ соляной кислоты и небольшим количеством дистиллированной воды.

Раствор доводят дистиллированной водой до 150—200 $см^3$, нагревают и повторяют осаждение, как указано выше.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют при возможно низкой температуре и прокаливают при температуре (1200 ± 50) °С до постоянной массы.

Массовую долю полуторных оксидов (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot V \cdot 100}{m_1 \cdot V_1},$$

где m — масса осадка полуторных оксидов, г;

V — общий объем, $см^3$;

m_1 — масса пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части, $см^3$.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю оксида алюминия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = X_1 \cdot 2\ (X_3 + X_4 + X_5),$$

где X_1 — массовая доля полуторных оксидов, %;

X_3 — массовая доля диоксида циркония, %, определяемая по ГОСТ 20300.3;

X_4 — массовая доля диоксида титана, %, определяемая по ГОСТ 20300.4;

X_5 — массовая доля оксида железа, %, определяемая по ГОСТ 20300.5.

3.4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,50 %.

Метод применяют при разногласиях в оценке качества.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

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

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

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 20300.6—74**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 61—75	2.2	ГОСТ 6563—75	3.2
ГОСТ 3117—78	2.2	ГОСТ 20300.1—90	1
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2	ГОСТ 20300.2—90	3.3
ГОСТ 3640—94	2.2	ГОСТ 20300.3—90	2.3; 3.3.1; 3.4.1
ГОСТ 3760—79	2.2; 3.2	ГОСТ 20300.4—90	2.4.1; 3.4.1
ГОСТ 4174—77	2.2	ГОСТ 20300.5—90	2.4.1; 3.4.1
ГОСТ 4204—77	2.2	ГОСТ 20300.7—90	3.3
ГОСТ 5456—79	2.2	ГОСТ 22867—77	3.2

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

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ**

gost.e-ecolog.ru