Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕ

Методы определения диоксида циркония

ГОСТ 20300.3—90

Baddeleyite-corundum refractories.
Methods for determination of zirconium dioxide

МКС 81.080
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.91

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20300.1.

2. МЕТОД КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ

2.1. Сущность метода

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

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Тигель платиновый № 100—8 по ГОСТ 6563.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

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

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

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Бумага конго красная.

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

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

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

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

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

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

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

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

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

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

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

Σm — общая масса диоксида циркония, полученная из 60 см^3 раствора азотнокислого циркония, г.

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

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

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

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

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

K_1 — коэффициент молярности азотнокислого циркония;

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

2.3. Проведение анализа

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

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

2.4. Обработка результатов

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

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

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

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

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

V_1 — общий объем раствора, см^3;

m — масса пробы, г;

V_2 — объем аликвотной части, см^3.

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

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ

3.1. Сущность метода

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

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические 1-го класса с разновесами.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772.

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

3.3. Проведение анализа

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

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

3.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса прокаленного фосфата циркония, г;

V — общий объем раствора, см^3;

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

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса пробы, г.

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

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

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

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

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

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 20300.3—74**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

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

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

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ**

gost.e-ecolog.ru