Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ ЦИРКОНИЙСОДЕРЖАЩИЕ

Методы определения окиси алюминия

ГОСТ 13997.7—84

Zirconium containing refractory materials and products.
Methods for determination of aluminium oxide

МКС 81.080
ОКСТУ 1509

Дата введения 01.07.85

Настоящий стандарт устанавливает методы определения окиси алюминия в материалах и изделиях огнеупорных цирконийсодержащих: фотометрический метод определения окиси алюминия с хромазуролом С (при массовой доле окиси алюминия от 0,5 до 3 %); комплексонометрический метод определения окиси алюминия в цирконистых огнеупорах (при массовой доле окиси алюминия от 1 до 30 %) и комплексонометрический метод определения окиси алюминия (при массовой доле окиси алюминия до 95 %).

Стандарт соответствует СТ СЭВ 4428—83 в части комплексонометрического метода определения окиси алюминия в огнеупорных материалах и изделиях из них с массовой долей двуокиси циркония до 65 % (кроме бадделеитовых).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13997.0.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на отделении алюминия от циркония (гафния), титана и железа обработкой раствора щелочью, переведением алюминия в алюминат и фотометрическом определении в виде окрашенного комплексного соединения с хромазуролом С.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типа КФК-2 и другие, обеспечивающие требуемую точность измерения.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:3 и растворы молярной концентрации эквивалента соляной кислоты 0,25 и 0,5 моль/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., раствор с массовой долей 10 %, хранят в полиэтиленовом сосуде.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор молярной концентрации эквивалента уксусной кислоты 0,2 моль/дм^3.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199.

Раствор буферный ацетатный с pH 5,4—5,6: 49 г уксуснокислого натрия растворяют в воде, добавляют 200 см^3 раствора 0,2 моль/дм^3 уксусной кислоты и доливают водой до 2 дм^3.

Индикатор метиловый оранжевый (натрий пара-диметиламиноазобензолсульфокислый) раствор с массовой долей 0,1 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Хромазурол С, раствор с массовой долей 0,05 %: 0,5 г хромазурола С растворяют в 200 см^3 воды при слабом нагревании (на водяной бане). К охлажденному раствору приливают 125 см^3 этилового

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

спирта, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор годен в течение 15 сут.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069, стружка или А99, 99р.

Стандартный раствор хлористого алюминия: навеску массой 0,5294 г металлического алюминия растворяют в 150 $см^3$ соляной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. (Для приготовления стандартного раствора используют также соли алюминия квалификации особой чистоты).

Стандартный раствор хлористого алюминия с массовой концентрацией окиси алюминия 0,0010 $г/см^3$ (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор: 20 $см^3$ стандартного раствора А разбавляют в мерной колбе вместимостью 200 $см^3$. Применяют раствор в день приготовления.

Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией окиси алюминия 0,0001 $г/см^3$ (раствор Б).

Допускается применение в качестве исходного материала для приготовления стандартного раствора окиси алюминия спектральной чистоты или квалификации особой чистоты: 0,5 г окиси алюминия, предварительно прокаленной при 1000 °С в течение 2 ч, сплавляют в платиновом тигле с 5—6 г пиросернокислого калия, сплав растворяют в растворе соляной кислоты 0,5 $моль/дм^3$, переводят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят до метки тем же раствором соляной кислоты и перемешивают.

Стандартный раствор алюминия с массовой концентрацией окиси алюминия 0,0010 $г/см^3$ (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор готовят разбавлением стандартного раствора алюминия, как указано выше.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Аликвотную часть раствора 1 после гравиметрического определения двуокиси кремния по ГОСТ 13997.3, равную 50 $см^3$, или 50—100 $см^3$ раствора 1 или 2 по ГОСТ 13997.4 переносят в стакан вместимостью 250—300 $см^3$, подогревают до кипения и при перемешивании стеклянной палочкой добавляют до выпадения осадка раствор гидроокиси натрия с массовой долей 10 % и после этого еще 25 $см^3$ в избыток. Содержимое стакана доводят до кипения, кипятят 5—10 мин, охлаждают, переводят вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор фильтруют через сухой фильтр диаметром 11 см «красная лента» в стакан. Первыми двумя-тремя порциями смывают стакан, отбирают аликвотные части фильтрата: 10 $см^3$ — при массовой доле окиси алюминия менее 1,0 %; 5 $см^3$ — при массовой доле окиси алюминия от 1,0 до 3,0 %.

Аликвотную часть раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют одну каплю раствора индикатора метилового оранжевого и нейтрализуют раствором соляной кислоты 0,25 $моль/дм^3$ до перехода окраски раствора из желтой в розовую от одной капли раствора кислоты. При помешивании приливают 5 $см^3$ раствора хромазурола С, 30 $см^3$ ацетатного буферного раствора с pH 5,5—5,6, доводят до метки водой и перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 530—550 нм) в кювете с толщиной слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые по ходу анализа реактивы.

Массу окиси алюминия в граммах находят по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

Исходные растворы для построения градуировочного графика готовят в мерных колбах вместимостью 250 $см^3$, соблюдая все операции хода анализа.

В стаканы вместимостью 250—300 $см^3$ отмеряют бюреткой аликвотные части градуировочного стандартного раствора алюминия: 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 $см^3$. Во все стаканы прибавляют мерным цилиндром по 50 $см^3$ раствора контрольного опыта, подогревают до кипения и при помешивании приливают мерным цилиндром по 40 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 10 %. Растворы кипятят 5—10 мин, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 250 $см^3$, доводят водой до метки, перемешивают.

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают пипеткой по 5 см^3 исходных растворов, что соответствует 0,000005, 0,000010; 0,000020; 0,000030; 0,000040; 0,000050; 0,000060 г окиси алюминия. Добавляют одну каплю раствора индикатора метилового оранжевого и нейтрализуют раствором соляной кислоты 0,25 моль/дм^3 до перехода окраски раствора из желтой в розовую от одной капли раствора кислоты. При помешивании приливают по 5 см^3 раствора хромазурола С, 30 см^3 ацетатного буферного раствора с pH 5,5—5,6, доводят до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность, как указано выше.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot V \cdot 250 \cdot 100}{V_1 \cdot V_2 \cdot m_1},$$

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

V — исходный объем раствора, см^3;

250 — разбавление аликвотной части раствора после обработки гидроокисью натрия, см^3;

V_1 — аликвотная часть исходного раствора, взятая для определения окиси алюминия (50 или 100), см^3;

V_2 — аликвотная часть раствора (5 или 10), взятая для фотометрирования, см^3;

m_1 — масса навески, г.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерений массовой доли окиси алюминия приведены в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси алюминия, %	Δ,%	Допускаемое расхождение, %		
		$d_к$	d_2	δ
От 0,5 до 1 включ.	0,09	0,12	0,10	0,06
Св. 1 » 2 »	0,13	0,16	0,14	0,08
» 2 » 5 »	0,2	0,3	0,2	0,1
» 5 » 10 »	0,3	0,4	0,3	0,2
» 10 » 20 »	0,4	0,5	0,4	0,3
» 20 » 30 »	0,7	0,8	0,7	0,4

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на отделении алюминия от циркония (гафния), титана и железа обработкой анализируемого раствора щелочью и переводом алюминия в алюминат.

Алюминий определяют методом обратного комплексонометрического титрования в среде ацетатного буферного раствора при pH 4,8—5,0 с использованием индикатора 1,2-(пиридил-азо)-2-нафтола (ПАН), в качестве титранта используют раствор сернокислой меди (допускается применять индикатор ксиленоловый оранжевый и использовать в качестве титранта раствор уксуснокислого цинка).

3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., растворы с массовой долей 20 и 10 %, хранят в полиэтиленовых сосудах.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 % и разбавленный 1:1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор с массовой долей 20 %.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 2 % с добавлением нескольких капель аммиака.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3: 12,52 г медного купороса ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) растворяют в воде, приливают 2 см^3 серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3 на 1000 см^3 раствора.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′ N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Индикатор 1,2-(пиридил-азо)-2-нафтол (ПАН), спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм^3.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199.

Буферный ацетатный раствор с pH 4,8—5,0: 1000 см^3 2 моль/дм^3 раствора уксусной кислоты смешивают с 1000 см^3 раствора, содержащего 540 г уксуснокислого натрия.

Индикаторная бумага конго.

Стандартный раствор хлористого алюминия: точную навеску массой 0,65—0,66 г металлического алюминия особой чистоты 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 стандартного раствора возможно применение окиси алюминия спектральной чистоты и солей алюминия квалификации особой чистоты.

Массовую концентрацию стандартного раствора алюминия (C), выраженную 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 — фактор пересчета металлического алюминия на окись алюминия.

Соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди (К) устанавливают по ГОСТ 13997.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси алюминия

В коническую колбу вместимостью 250—300 см^3 помещают 10 см^3 стандартного раствора хлористого алюминия, приливают 2—3 см^3 соляной кислоты, 100 см^3 воды и 25 см^3 раствора трилона Б, перемешивают и нагревают до кипения. Остывший до 70—80 °С раствор нейтрализуют раствором аммиака (1:1) до слабо-розового цвета бумаги конго, приливают 10 см^3 ацетатного буферного раствора с pH 4,8—5,0, 5 капель индикатора ПАН и титруют раствором сернокислой меди до перехода желто-зеленой окраски раствора в сине-фиолетовую. Проводят три параллельных титрования.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C_1), выраженную в г/см^3 окиси алюминия, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{C \cdot 10}{V - K \cdot V_1},$$

где C — массовая концентрация стандартного раствора алюминия, выраженная в г/см^3 окиси алюминия;

10 — объем стандартного раствора хлористого алюминия, взятый для титрования, см^3;

V — объем прилитого раствора трилона Б, см^3;

V_1 — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см^3;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску материала массой 0,2 г сплавляют по ГОСТ 13997.6, разд. 3. Остывший сплав опускают вместе с тиглем в стакан вместимостью 400—500 см^3, в который предварительно наливают 60 см^3 раствора соляной кислоты (1:3), нагретой до 70—80 °С. Растворение сплава заканчивают на

закрытой электроплитке со слабым нагревом или используют аликвотную часть раствора 1 ГОСТ 13997.3, равную 100 см^3 или 50—100 см^3 раствора 1 или 2 ГОСТ 13997.4, разд. 2.

При анализе цирконийсодержащих материалов, стабилизированных окисью магния, к раствору приливают 20 см^3 раствора хлористого аммония, осаждают цирконий (гафний), титан, железо, алюминий аммиаком, добавляя его до слабого запаха. Раствор с осадком нагревают до кипения, дают осадку осесть и отфильтровывают на фильтр диаметром 11 см «красная лента». Осадок промывают 8—10 раз горячим раствором азотнокислого аммония. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, подсушивают, озоляют и сплавляют со смесью для сплавления.

Нагревают раствор до 50—60 °С, при перемешивании добавляют до выпадения осадка раствор гидроокиси натрия с массовой долей 10 % и после этого добавляют 25 см^3 в избыток.

Содержимое стакана доводят до кипения, кипятят 5—10 мин, охлаждают, переводят вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки водой, перемешивают (раствор В).

В коническую колбу вместимостью 500—700 см^3 отбирают через сухой фильтр, предварительно отбросив первые две порции фильтрата, аликвотную часть раствора В 250 см^3.

Раствор алюмината натрия нейтрализуют раствором соляной кислоты по бумаге конго до синего цвета бумаги и приливают в избыток 1 см^3 кислоты. Затем добавляют к раствору 20—45 см^3 раствора трилона Б в зависимости от содержания окиси алюминия. Раствор нагревают до кипения. Остывший до 70—80 °С раствор нейтрализуют раствором аммиака (1:1) по бумаге конго до изменения ее цвета до слабо-розового, приливают 10 см^3 ацетатного буферного раствора с pH 4,8—5,0, 5 капель раствора индикатора ПАН и титруют раствором сернокислой меди до перехода желто-зеленой окраски в сине-фиолетовую.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(V - K \cdot V_1) C_1 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot V_2},$$

где V — объем прилитого раствора трилона Б, см^3;

V_1 — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование, см^3;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

C_1 — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см^3 окиси алюминия;

500 — объем исходного раствора анализируемого материала, см^3;

m — масса навески, г;

V_2 — аликвотная часть раствора, взятая для титрования, см^3.

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерений массовой доли окиси алюминия приведены в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ
(в огнеупорных материалах и изделиях из них с массовой долей двуокиси циркония до 65 %, кроме бадделеитовых)

4.1. Сущность метода

Метод основан на отделении алюминия в виде алюмината и определении его методом обратного комплексонометрического титрования при pH 5,5 с использованием индикатора ксиленолового оранжевого и в качестве титранта — раствора уксуснокислого цинка.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печи муфельные с нагревом до 700—800 °С и 1000—1100 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563, № 100—7, 100—9.

Крышки платиновые по ГОСТ 6563, № 101—7 и 101—9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоживают по ГОСТ 13997.3, разд. 3.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 20 %; хранят в полиэтиленовом сосуде.

Гексаметилентетрамин (уротропин).

Бумага индикаторная универсальная.

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

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3 %.

Индикатор метиловый оранжевый (натрий пара-диметиламиноазобензолсульфокислый) водный раствор с массовой долей 0,1 %.

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

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации эквивалента трилона Б 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.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069, стружка или А99, 99р.

Стандартный раствор алюминия: 1,3491 г металлического алюминия помещают в стакан вместимостью 400 см^3, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании в 100 см^3 раствора соляной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Стандартный раствор алюминия с массовой концентрацией окиси алюминия 0,002549 г/см^3.

Устанавливают соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка: в коническую колбу отмеривают 25 см^3 раствора трилона Б, добавляют 1—2 г гексаметилентетрамина и около 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого с хлористым калием, затем титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода желтого цвета в красный.

Соотношение между раствором трилона Б и раствором уксуснокислого цинка (K_1) вычисляют по формуле

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

где V — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование 25 см^3 раствора трилона Б, см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси алюминия

25 см^3 стандартного раствора алюминия помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и нейтрализуют раствором аммиака до получения pH от 2 до 3 по универсальной индикаторной бумаге. Затем приливают в избытке 50 см^3 раствора трилона Б, добавляют около 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого с хлористым калием и кипятят 3 мин. После охлаждения раствор нейтрализуют раствором аммиака до перехода окраски из желтой в красно-фиолетовую. Затем добавляют от 3 до 5 г сухого гексаметилентетрамина и по каплям раствор соляной кислоты (1:1) до перехода окраски раствора в желтую (pH 5,5). Снова кипятят 3 мин, охлаждают до комнатной температуры и разбавляют водой до 250 см^3. Если раствор фиолетового цвета, то прибавляют несколько капель уксусной кислоты до перехода окраски раствора в желтый цвет.

Избыток трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка до появления красно-фиолетовой окраски.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C_1), выраженную в г/см^3 окиси алюминия, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{25 \cdot 0{,}002549}{50 - V_1 \cdot K_1},$$

где 25 — объем стандартного раствора алюминия, взятый для титрования, см^3;

50 — объем прилитого раствора трилона Б, см^3;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см^3;

K_1 — соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка.

Теоретическая массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см^3 окиси алюминия, равна 0,0025484.

4.3. Проведение анализа

Навеску материала массой 1 г помещают в платиновый тигель. Если анализируемый материал содержит много органических веществ или свободный углерод, прокаливают от 0,5 до 1 ч при 700 °С в окислительной среде. Пробу смешивают с 10—12 г смеси для сплавления, накрывают тигель платиновый крышкой, помещают в муфельную печь, нагретую до 700 °С, и постепенно повышают температуру до (1100±50) °С. При этой температуре проводят сплавление в течение 1 ч до получения прозрачного расплава.

Тигель со сплавом охлаждают примерно до 100 °С, помещают в стакан вместимостью 400 см^3, содержащий 100 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом. Растворяют при слабом нагревании, а при анализе материала с высоким содержанием двуокиси кремния — без нагревания. После полного растворения сплава тигель, крышку и часовое стекло тщательно ополаскивают горячей водой, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Для определения массовой доли окиси алюминия допускается использовать также аликвотную часть раствора 1 после выделения двуокиси кремния по ГОСТ 13997.3.

В зависимости от массовой доли окиси алюминия в пробе в стакан вместимостью 400 см^3 отмеривают аликвотную часть исходного раствора объемом, указанным в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси алюминия, %	Объем аликвотной части исходного раствора, см^3	Объем раствора трилона Б, см^3
До 15	100	25
Св. 15 » 30	100	35
» 30 » 50	50	35
» 50 » 70	50	40
» 70 » 95	50	50

Раствор нагревают до кипения и при постоянном перемешивании добавляют в него раствор гидроокиси калия до выпадения осадка и 25 см^3 в избыток. Потом добавляют 3—4 капли перекиси водорода и опять нагревают до кипения. После отстаивания осадок фильтруют через фильтр «красная лента» и промывают 3—4 раза горячей водой.

Фильтрат и промывные воды собирают в коническую колбу, добавляют раствор трилона Б в объеме, указанном в табл. 1, и несколько капель раствора индикатора метилового оранжевого. Добавляют раствор соляной кислоты до изменения цвета из желтого в красно-фиолетовый и несколько капель в избыток. Раствор кипятят в течение 3 мин, прибавляют 3—5 г гексаметилентетрамина, нагревают до кипения, кипятят 3 мин и охлаждают до комнатной температуры.

В раствор добавляют 0,1 г сухой индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и приливают раствор трилона Б с избытком, оттитровывают избыток трилона Б раствором уксуснокислого цинка до изменения окраски раствора из оранжевой в красную.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю окиси алюминия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_3 \cdot K_1) \cdot C_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_4},$$

где V_2 — объем добавленного раствора трилона Б, см^3;

V_3 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см^3;

K_1 — соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка;

C_1 — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см^3 окиси алюминия;

V — объем исходного раствора, см^3;

m — масса навески, г;

V_4 — объем аликвотной части исходного раствора, см^3.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 15 включ.	0,2
Св. 15 » 35 »	0,3
» 35 » 60 »	0,4
» 60 » 95 »	0,5

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Л.А. Коробка, Г.И. Дмитренко, Г.А. Павлова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.09.84 № 3242**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13997.5—78**

4. **Стандарт соответствует СТ СЭВ 4428—83 в части комплексонометрического метода**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 6563—75	4.2
ГОСТ 83—79	4.2	ГОСТ 10652—73	3.2, 4.2
ГОСТ 199—78	2.2, 3.2	ГОСТ 10929—76	4.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 11069—2001	2.2, 4.2
ГОСТ 3760—79	3.2, 4.2	ГОСТ 13997.0—84	1.1
ГОСТ 3773—72	3.2	ГОСТ 13997.3—84	2.3.1, 3.3.1, 4.2, 4.3
ГОСТ 4165—78	3.2	ГОСТ 13997.4—84	2.3.1, 3.2, 3.3.1
ГОСТ 4199—76	4.2	ГОСТ 13997.6—84	3.3.1
ГОСТ 4204—77	3.2	ГОСТ 18300—87	2.2, 3.2
ГОСТ 4234—77	4.2	ГОСТ 22867—77	3.2
ГОСТ 4328—77	2.2, 3.2	ГОСТ 24363—80	4.2
ГОСТ 5823—78	4.2		

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

7. **ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в ноябре 1989 г. (ИУС 2—90)**

gost.e-ecolog.ru