Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ ЦИРКОНИЙСОДЕРЖАЩИЕ

Методы определения окиси иттрия

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

ГОСТ 13997.10—84

МКС 81.080
ОКСТУ 1509

Дата введения 01.07.85

Настоящий стандарт устанавливает методы определения окиси иттрия в материалах и изделиях огнеупорных цирконийсодержащих: фотометрический (при массовой доле окиси иттрия от 5 до 25 %) и комплексонометрический (при массовой доле окиси иттрия от 6 до 25 %).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ИТТРИЯ

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Сущность метода

Метод основан на измерении интенсивности окраски комплексного соединения с арсеназо-1. Влияние ионов циркония, присутствующих в растворе, устраняют введением в анализируемый раствор сульфосалициловой кислоты, которая с ионами циркония образует бесцветный комплекс.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Печь муфельная с нагревом 900—1000 °С.

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

pH-метр со стеклянным и каломельным электродами.

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

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Окись иттрия спектральной чистоты.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1: 1 и раствор молярной концентрации эквивалента кислоты 1 моль/дм^3.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 25 %.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 % и разбавленный 1:1 и 1:10.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор с массовой долей 25 %.

Арсеназо-1 (уранон), ч., раствор с массовой долей 0,2 %.

Метиловый красный (индикатор), водно-спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %: 0,1 г метилового красного растворяют в 60 $см^3$ этилового спирта и разбавляют водой до 100 $см^3$.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Кислота борная по ГОСТ 9656, х. ч., раствор молярной концентрации 0,2 моль/$дм^3$ (12,4 г борной кислоты растворяют в 1000 $см^3$ воды).

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, х. ч., раствор молярной концентрации натрия тетраборнокислого 0,05 моль/$дм^3$ (19,1 г тетраборнокислого натрия растворяют в 1000 $см^3$ воды).

Раствор боратный буферный с pH 7,7—7,8: 175 $см^3$ раствора тетраборнокислого натрия молярной концентрации 0,05 моль/$дм^3$ доводят до 1000 $см^3$ раствором борной кислоты, молярной концентрации 0,2 моль/$дм^3$, перемешивают.

Стандартный раствор соли иттрия: 0,1 г окиси иттрия спектральной чистоты, предварительно прокаленной при 1000 °С, сплавляют в платиновом тигле с 2—3 г пиросернокислого калия при 800—850 °С. Сплав переносят в стакан вместимостью 200—300 $см^3$, в который предварительно налито 100 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1), тигель тщательно обмывают горячей водой. Содержимое стакана нагревают до полного растворения сплава. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Стандартный раствор соли иттрия с массовой концентрацией окиси иттрия 0,0002 г/$см^3$ (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор, используемый для построения градуировочного графика: 10 $см^3$ раствора А переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доводят до метки раствором соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 1 моль/$дм^3$, перемешивают (раствор Б).

Градуировочный стандартный раствор Б с массовой концентрацией окиси иттрия 0,000010 г/$см^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску материала массой 0,25 г сплавляют в платиновом тигле с 2—3 г пиросернокислого калия в муфельной печи при 800—850 °С. Сплав переносят в стакан вместимостью 200—300 $см^3$, в который предварительно налито 40 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1), тигель тщательно обмывают горячей водой. Содержимое стакана нагревают до полного растворения сплава, охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают (раствор 1).

25 $см^3$ раствора 1 отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают 40 $см^3$ соляной кислоты (1:1), доводят до метки водой и перемешивают (раствор 2).

5 $см^3$ раствора 2 переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, добавляют 15 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, через 5—10 мин нейтрализуют по метиловому красному до желтого цвета раствора сначала раствором аммиака (1:1), а в конце нейтрализации раствором (1:10). Приливают 2 $см^3$ раствора арсеназо-1 с массовой долей 0,2 %, доводят до метки боратным буферным раствором с pH 7,7—7,9 и перемешивают. Оптическую плотность измеряют на фотоэлектроколориметре при длине волны (580±10) нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм при массовой доле окиси иттрия от 5 до 10 %; 10 мм — при массовой доле окиси иттрия от 10 до 25 %. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, содержащий все используемые по ходу анализа реактивы в таких же концентрациях, кроме раствора окиси иттрия.

Массу окиси иттрия в граммах находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ отбирают аликвотные части градуировочного стандартного раствора Б окиси иттрия; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0; 11,0; 12,0; 13,0 $см^3$, добавляют по 15 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты и далее поступают, как описано выше. По найденным средним значениям оптической плотности из трех серий измерений и соответствующим им массам окиси иттрия в граммах строят градуировочный график.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси иттрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 10 \cdot 100}{V \cdot m},$$

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

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

10 — коэффициент разбавления аликвотной части раствора;

V — аликвотная часть раствора, см^3;

m — масса навески, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерений массовой доли окиси иттрия приведены в таблице.

Массовая доля окиси иттрия, %	Δ, %	Допускаемое расхождение, %		
		$d_к$	d_2	δ
От 5 до 10 включ.	0,3	0,4	0,3	0,2
Св. 10 » 25 »	0,4	0,5	0,4	0,3

(Измененная редакция, Изм. № 1).

КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ИТТРИЯ

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКИСИ ИТТРИЯ В ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ НА ОСНОВЕ ДВУОКИСИ ЦИРКОНИЯ И ОКИСИ ИТТРИЯ

5.1. Сущность метода

Метод основан на разложении навески в серной кислоте в присутствии аммония сернокислого и последовательном комплексонометрическом выделении окиси циркония и окиси иттрия. Окись иттрия определяют путем обратного титрования избытка трилона Б раствором сернокислой меди в присутствии индикатора ПАН при pH 5.

5.2. Реактивы и растворы

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и раствор 0,5 моль/дм^3 и 1 моль/дм^3.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 20 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1, 1:10.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор 2 моль/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, 1:1.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769.

Уротропин фармакопейный, раствор с массовой долей 20 %.

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.

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

Индикатор ксиленоловый, раствор с массовой долей 0,5 %.

Окись иттрия спектральной чистоты.

Стандартный раствор соли иттрия:

0,5 г окиси иттрия спектральной чистоты предварительно прокаленного при температуре 1000 °С растворяют при нагревании в 70 см^3 соляной кислоты (1:1). Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 80 см^3 соляной кислоты (1:1), доводят до метки водой и перемешивают. 1 см^3 стандартного раствора содержит 0,001 г окиси иттрия.

Ацетатный буферный раствор с pH 4,8—5,0:

1 дм³ раствора 2 моль/дм³ уксусной кислоты смешивают с 1 дм³ раствора, содержащего 540 г натрия уксуснокислого.

5.3. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси иттрия

К 10 см³ стандартного раствора соли иттрия приливают 15 см³ раствора трилона Б, 1—2 капли индикатора ксиленолового оранжевого и аммиаком нейтрализуют до малиновой окраски.

Раствором серной кислоты 1 моль/дм³ возвращают устойчивую желтую окраску, добавляют 10—15 см³ ацетатного буферного раствора и титруют раствором сернокислой меди в присутствии 1—2 капель спиртового раствора индикатора ПАН до перехода желтой окраски в красно-фиолетовую.

Массовую концентрацию (C) трилона Б, выраженную в г/см³ окиси иттрия, вычисляют по формуле

$$C=\frac{m\cdot V_a}{V-K\cdot V_1},$$

где m — масса окиси иттрия в 1 см³ стандартного раствора, г;

V_a — аликвотная часть стандартного раствора соли иттрия, см³;

V — объем раствора трилона Б, см³;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

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

5.4. Соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди устанавливают:

К 10—15 см³ раствора трилона Б прибавляют 1—2 капли индикатора ксиленолового оранжевого и нейтрализуют раствор аммиаком до малиновой окраски. Раствором серной кислоты 1 моль/дм³ возвращают устойчивую желтую окраску, добавляют 10—15 см³ ацетатного буферного раствора, 3—5 капель индикатора ПАН и титруют раствором сернокислой меди до перехода окраски из желтой в красно-фиолетовую.

Соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди (K) рассчитывают по формуле

$$K=\frac{V_2}{V_1},$$

где V_2 — объем раствора трилона Б, взятый для установления соотношения, см³;

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

5.5. Проведение анализа

К оттитрованному раствору, полученному после определения окиси циркония по ГОСТ 13997.4, п. 6.3 (раствор А), прибавляют избыток (15—20 см³) раствора трилона Б и нейтрализуют аммиаком до малиновой окраски. Раствором серной кислоты 1 моль/дм³ возвращают устойчивую желтую окраску, добавляют 10—15 см³ ацетатного буферного раствора, 3—5 капель индикатора ПАН и титруют раствором сернокислой меди до перехода желтой окраски в красно-фиолетовую.

5.6. Обработка результатов

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

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

где V — объем трилона Б, см³;

K — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

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

T — массовая концентрация трилона Б, выраженная в г/см³ окиси иттрия;

m — масса навески образца, г.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКИСИ ИТТРИЯ В СЫРЫХ СМЕСЯХ ДВУОКИСИ ЦИРКОНИЯ И ОКИСИ ИТТРИЯ

6.1. Сущность метода

Метод основан на растворении окиси иттрия в разбавленной соляной кислоте с последующим прямым комплексонометрическим титрованием окиси иттрия трилоном Б при pH 5,5—6 в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

6.2. Реактивы и растворы — по п. 3.1.2.

6.3. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси иттрия

В коническую колбу вместимостью 250—300 см^3 отмеряют пипеткой 20 см^3 стандартного раствора окиси иттрия, добавляют 5 см^3 сульфосалициловой кислоты и нейтрализуют по бумаге «конго» аммиаком (1:1) до переходного цвета бумаги конго, затем приливают 10 см^3 уротропина и быстро титруют в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого до исчезновения малиновой окраски.

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

$$C_1 = \frac{20 \cdot m}{V},$$

где 20 — объем стандартного раствора окиси иттрия, см^3;

m — масса окиси иттрия в 1 см^3 стандартного раствора;

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

6.4. Проведение анализа

Навеску массой 0,25 г помещают в стакан емкостью 150 см^3, прибавляют 50 см^3 раствора соляной кислоты (1:10), нагревают на плите и кипятят 10—15 мин.

После охлаждения раствор отфильтровывают через фильтр «синяя лента» в коническую колбу на 250 см^3, промывают холодной дистиллированной водой 5—6 раз. Затем к фильтрату прибавляют 5 см^3 сульфосалициловой кислоты и нейтрализуют аммиаком (1:1) до переходного цвета бумаги конго, приливают 10 см^3 уротропина и титруют в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого до исчезновения малиновой окраски.

6.5. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C_1 \cdot V}{m} \cdot 100,$$

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

V — объем трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

m — масса навески, г.

6.6. Нормы точности и нормативы контроля точности измерений массовой доли окиси иттрия приведены в п. 4.2.

Разд. 6. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

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

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.09.84 № 3244

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13997.8—78

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	5.2	ГОСТ 4204—77	5.2
ГОСТ 199—78	5.2	ГОСТ 4478—78	Разд. 2, 5.2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2, 5.2	ГОСТ 6563—75	Разд. 2
ГОСТ 3760—79	Разд. 2, 5.2	ГОСТ 7172—76	Разд. 2
ГОСТ 3769—78	5.2	ГОСТ 9656—75	Разд. 2
ГОСТ 3773—72	Разд. 2	ГОСТ 10652—73	5.2
ГОСТ 4165—78	5.2	ГОСТ 13997.0—84	1.1
ГОСТ 4166—76	5.2	ГОСТ 13997.4—84	5.5
ГОСТ 4199—76	Разд. 2	ГОСТ 18300—87	Разд. 2

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

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

gost.e-ecolog.ru