

ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ  
БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕ

Методы определения оксида алюминия

Baddeleyite-corundum refractories.  
Methods for determination of aluminium oxideГОСТ  
20300.6—90МКС 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 сернистого 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<sup>3</sup> воды, для лучшего растворения раствор подогревают, при необходимости фильтруют, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты и разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup>.

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

Цинк сернистый 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, свежеччищенного стальным ножом от оксида, помещают в фарфоровую чашку и растворяют при нагревании на водяной бане в смеси 100 см<sup>3</sup> воды и 15 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>. Остаток из чашки количественно переносят, смывая стенки чашки водой, в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> точно 0,025 М раствора соли цинка прибавляют 10 см<sup>3</sup> буферного аммиачного раствора, 0,1 г индикаторной смеси эриохром черного Т или 10—12 капель раствора кислотного хромтемно-синего и 70 см<sup>3</sup> воды.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

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<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup>.

Коэффициент соответствия рабочего раствора сернокислого цинка определяют следующим образом: в коническую колбу для титрования отмеряют бюреткой 10 см<sup>3</sup> 0,025 М раствора трилона Б, подкисляют его несколькими каплями соляной кислоты, прибавляют 10 см<sup>3</sup> воды и нагревают до 50 °С. Опускают в раствор бумагу «конго» и прибавляют аммиак по каплям до покраснения бумаги. Затем добавляют 20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>.

### 2.3. Проведение анализа

В испытуемый раствор после оттитровывания циркония (см. ГОСТ 20300.3, разд. 2) добавляют 30 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> буферного раствора с рН 5,5—5,8, 10 см<sup>3</sup> раствора гидросиламина 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<sup>3</sup>;  
 $K$  — 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<sup>3</sup>;

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

0,001275 — масса оксида алюминия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> точно 0,025 М раствора трилона Б, г;

$V$  — общий объем раствора, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем аликвотной части, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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  $\pm 0,3$  %.

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<sup>3</sup> испытуемого раствора, полученного, как указано в ГОСТ 20300.2, разд. 2, переносят в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>. Раствор доводят дистиллированной водой до 150—200 см<sup>3</sup>, 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 метилрога 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<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты при нагревании. Внутренние стенки стакана и воронки обмывают указанными 2—3 см<sup>3</sup> соляной кислоты и небольшим количеством дистиллированной воды.

Раствор доводят дистиллированной водой до 150—200 см<sup>3</sup>, нагревают и повторяют осаждение, как указано выше.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют при возможно низкой температуре и прокалывают при температуре  $(1200 \pm 50)$  °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<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса пробы, г;

$V_1$  — объем аликвотной части, см<sup>3</sup>.

#### 3.4. Обработка результатов

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

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

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