

**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 см³ воды, для лучшего растворения раствор подогревают, при необходимости фильтруют, добавляют 10 см³ раствора уксусной кислоты и разбавляют водой до 1 дм³.

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, свежеччищенного стальным ножом от оксида, помещают в фарфоровую чашку и растворяют при нагревании на водяной бане в смеси 100 см³ воды и 15 см³ концентрированной азотной кислоты, накрыв чашку часовым стеклом, затем тщательно смывают стекло водой, собирая ее в ту же чашку, и упаривают раствор до 3—4 см³. Остаток из чашки количественно переносят, смывая стенки чашки водой, в мерную колбу вместимостью 1 дм³ 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 см³ точно 0,025 М раствора соли цинка прибавляют 10 см³ буферного аммиачного раствора, 0,1 г индикаторной смеси эриохром черного Т или 10—12 капель раствора кислотного хромтемно-синего и 70 см³ воды.

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, см³.

0,025 М рабочий раствор сернистого цинка для титрования оксида алюминия готовят следующим образом: 7,2 г сернистого цинка растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1 дм³.

Коэффициент соответствия рабочего раствора сернистого цинка определяют следующим образом: в коническую колбу для титрования отмеряют бюреткой 10 см³ 0,025 М раствора трилона Б, подкисляют его несколькими каплями соляной кислоты, прибавляют 10 см³ воды и нагревают до 50 °С. Опускают в раствор бумагу «конго» и прибавляют аммиак по каплям до покраснения бумаги. Затем добавляют 20 см³ ацетатного буферного раствора, нагревают до кипения и титруют из бюретки рабочим 0,025 М раствором сернистого цинка с индикатором ксиленоловым оранжевым до перехода желтой окраски раствора в фиолетово-красную. Отмечают объем сернистого цинка, израсходованного на титрование.

Коэффициент соответствия рабочего 0,025 М раствора сернистого 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 сернистого цинка, израсходованный на титрование, см³.

2.3. Проведение анализа

В испытуемый раствор после оттитровывания циркония (см. ГОСТ 20300.3, разд. 2) добавляют 30 см³ 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 см³ буферного раствора с рН 5,5—5,8, 10 см³ раствора гидроксиламина и кипятят раствор 1—2 мин, после чего сразу же в горячем состоянии титруют 0,025 М раствором сернистого цинка. Титрование продолжают до тех пор, пока окраска изменится из желтой в красную и будет оставаться постоянной. Отмечают объем 0,025 М раствора сернистого 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, см³;
 K — коэффициент молярности 0,025 М раствора трилона Б, установленный по сернистому цинку;

V_2 — объем 0,025 М раствора сернистого цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см³;

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

0,001275 — масса оксида алюминия, соответствующая 1 см³ точно 0,025 М раствора трилона Б, г;

V — общий объем раствора, см³;

V_3 — объем аликвотной части, см³;

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 см³ испытуемого раствора, полученного, как указано в ГОСТ 20300.2, разд. 2, переносят в стакан вместимостью 300 см³. Раствор доводят дистиллированной водой до 150—200 см³, 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 метилроута 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 см³ концентрированной соляной кислоты при нагревании. Внутренние стенки стакана и воронки обмывают указанными 2—3 см³ соляной кислоты и небольшим количеством дистиллированной воды.

Раствор доводят дистиллированной водой до 150—200 см³, нагревают и повторяют осаждение, как указано выше.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озолоют при возможно низкой температуре и прокалывают 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, см³;

m_1 — масса пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части, см³.

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