

Изменение № 1 ГОСТ 2642.4—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси алюминия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 11.04.90 № 856

Дата введения 01.01.91

На обложке и первой странице под обозначением стандарта заменить обозначения: **СТ СЭВ 972—78** и **СТ СЭВ 973—78** на **СТ СЭВ 6585—89**.

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «атомно-абсорбционный метод определения окиси алюминия в магнизиальных и магнизиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях при массовой доле окиси алюминия более 0,05 %»;

заменить ссылки: **СТ СЭВ 972—78** и **СТ СЭВ 973—78** на **СТ СЭВ 6585—89**.

Пункты 2.2, 3.2. Заменить ссылку: **ГОСТ 18300—72** на **ГОСТ 18300—87**.

Пункт 5.2. Исключить ссылку: **СТ СЭВ 951—78**

Раздел 6. Наименование. Заменить слова: «до 1 %» на «от 0,05 до 1,0 %».

Пункт 6.2. Третий абзац изложить в новой редакции:

«Кислота уксусная по **ГОСТ 61—75**;

четвертый, пятый абзацы исключить;

седьмой абзац. Исключить слово: «и»;

восьмой абзац. Заменить слова: «эквивалента 1 моль/дм³» на «эквивалента 1,0 моль/дм³ (70,0 см³ азотной кислоты разбавляют водой до 1000 см³ и перемешивают)»;

десятый абзац. Заменить слова: «раствор 1 г/дм³» на «раствор с массовой долей 0,1 %»;

одиннадцатый, двенадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Кислота тиогликолевая, раствор 1:1.

Мочевина.

Эриохромцианин R, индикатор: 0,14 г эриохромцианина R растирают в фарфоровой чашке в 0,3 см³ азотной кислоты. Смесь после добавления воды и 0,05 г мочевины переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в бутылки из темного стекла; устойчив в приблизительно 4 мес»;

после слов «в интервале от 5,9 до 6,0» дополнить словами: «рН раствора корректируется с помощью уксусной кислоты»; дополнить абзацем:

«Водорода перекись по **ГОСТ 177—88**, раствор с массовой долей 30 %»;

заменить слова: «по **ГОСТ 3118—77** разбавленная 1:1» на «по **ГОСТ 3118—77** и раствор 0,1 моль/дм³»;

три последних абзаца изложить в новой редакции: «Стандартный раствор окиси алюминия. 0,5291 г металлического алюминия помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 50 см³ соляной кислоты и 2—3 см³ раствора перекиси водорода, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки, перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 1,000 мг окиси алюминия (раствор А).

Разбавленный стандартный раствор: отбирают пипеткой 50 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. 1 см³ разбавленного стандартного раствора содержит 0,100 мг окиси алюминия (раствор Б).

Градуировочный разбавленный стандартный раствор окиси алюминия: отбирают пипеткой 50 см³ раствора Б в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят раствором соляной кислоты 0,1 моль/дм³ до метки и перемешивают. Раствор готовят в день применения. 1 см³ градуировочного раствора содержит 0,010 мг окиси алюминия (раствор В)»;

исключить ссылку: **СТ СЭВ 951—78**.

(Продолжение см с. 158)

Пункт 6.3.1. Первый абзац после слова «отбирают» дополнить словом: «пипеткой»; после слов «(раствор 1)» дополнить словами: «или разд. 11», после слова «кислоты» дополнить словами: «накрывают часовым стеклом»;

второй абзац дополнить словами: «Этот раствор сохраняют для определения окиси алюминия»;

третий абзац после слов «в соотношении 2:1» дополнить словами: «или по ГОСТ 2642.3—86, разд. 12».

четвертый абзац после слов «окиси алюминия» дополнить словами: «из исходного раствора»;

заменить слова: «25 см³ раствора тиогликолевого натрия» на «0,2 см³ раствора тиогликолевой кислоты»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Массовую концентрацию окиси алюминия находят по градуировочному графику, который строят в тех же условиях»

Пункт 6.3.2. Исключить значение: 1,5; после значения 4,0 дополнить значением: 5,0; после слов «алюминия В» дополнить словами: «и 4,5; 4,0; 3,0; 2,0; 1,0; и 0 см³ раствора соляной кислоты 0,1 моль/дм³»; заменить слово: «массам» на «массовым концентрациям».

Пункт 6.4.1 изложить в новой редакции: «6.4.1. Массовую долю окиси алюминия (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{C \cdot V \cdot V_1 \cdot 10^{-1}}{m \cdot V}$$

где C — массовая концентрация окиси алюминия, найденная по градуировочному графику, мг/см³;

V — общий объем исходного раствора, см³;

V_1 — общий объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески пробы, г;

V — объем аликвотной части исходного раствора, см³.

Пункт 6.4.2. Таблицу 3 изложить в новой редакции:

Таблица 3

Массовая доля окиси алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,05 до 0,10 включ.	0,008
Св. 0,10 > 0,20 >	0,015
> 0,20 > 0,50 >	0,03
> 0,50 > 1,00 >	0,06

Раздел 7. Наименование. Заменить слова: «от 1 до 5 %» на «свыше 1 %».

Пункт 7.1 после слов «алюминия в» дополнить словами: «растворимую форму».

Пункт 7.2. Третий, пятый абзацы. Заменить слова: «раствор 300 г/дм³» на «раствор с массовой долей 30 %»;

восьмой абзац. Заменить значение 10,972 на 10,975;

десятый абзац. После слов: «уксусной кислоты» дополнить словами: «чтобы рН составлял 6,2»;

тринадцатый абзац изложить в новой редакции: «Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, насыщенный раствор»;

пятнадцатый—семнадцатый абзацы исключить;

дополнить абзацами (перед последним):

«Водорода перекись по ГОСТ 177—88.

Стандартный раствор окиси алюминия: 0,5291 г металлического алюминия помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 50 см³ соляной кислоты

(Продолжение см. с. 159)

в 2—3 см³ раствора перекиси водорода, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,001 г окиси алюминия;

исключить ссылку: СТ СЭВ 951—78.

Пункт 7.2.1. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «В стакан вместимостью 400 см³ помещают 100 см³ стандартного раствора окиси алюминия и нейтрализуют раствором аммиака до получения рН 2—3 по универсальной бумаге. Затем в раствор прибавляют из бюретки в избыток 50 см³ раствора трилона Б, добавляют небольшое количество индикатора ксиленового оранжевого и кипятят 3 мин»;

восьмой абзац изложить в новой редакции: «Массовую концентрацию раствора трилона Б(С) в граммах на кубический сантиметр окиси алюминия вычисляют по формуле

$$C = \frac{100 \cdot 0,001}{V \cdot K_1},$$

где 100 — объем стандартного раствора окиси алюминия, см³;

0,001 — масса окиси алюминия в 1 см³ стандартного раствора окиси алюминия, г;

V — объем 0,05 моль/дм³ раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование выделенного количества трилона Б, см³;

K₁ — соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка».

Пункт 7.3. Первый абзац дополнить словами: «разд. 11.3»;

второй абзац. Заменить слова: «отбирают 100 см³ раствора 1» на «отбирают пипеткой 100 см³ раствора»;

после слов «до выпадения» дополнить словом: «первого»; заменить слова: «Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают водой» на «Допускается проводить осаждение гидроокисей раствором аммиака, приливая его до слабого запаха. стакан с выпавшим осадком доводят до кипения, отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают водой»;

третий абзац изложить в новой редакции: «Промытый осадок вместе с фильтром помещают в стакан, в котором проводилось осаждение. Прибавляют теплый раствор соляной кислоты до растворения осадка, нагревают 3—5 мин, затем прибавляют 25 см³ раствора гидроокиси натрия, нагревают и перемешивают. Осадок фильтруют на плотный фильтр и тщательно промывают горячей водой. Затем фильтр подкисляют раствором соляной кислоты (1:1) до получения рН 2—3 (по универсальной индикаторной бумаге)».

Пункт 7.4.1 изложить в новой редакции: «7.4.1. Массовую долю окиси алюминия в процентах, установленную из аликвотной части раствора (X₅) и из отдельной навески (X'₅), вычисляют по формулам:

$$X_5 = \frac{V_1 \cdot C \cdot V_2 \cdot K}{m} \cdot 100;$$

$$X'_5 = \frac{V_1 \cdot C \cdot K}{m \cdot V} \cdot 100,$$

где V₁ — объем 0,05 моль/дм³ раствора уксуснокислого цинка, израсходованного на титрование выделенного количества трилона Б в присутствии фтористого натрия, см³;

C — массовая концентрация 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, выраженная в г/см³ окиси алюминия;

V₂ — общий объем исходного раствора, см³;

K — соотношение между растворами 0,05 моль/дм³ трилона Б и уксуснокислого цинка;

m — масса навески пробы, г;

V — объем аликвотной части исходного раствора, см³».

Пункт 7.4.2. Таблицу 4 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 160)

Массовая доля окиси алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1,0 до 2,00 включ.	0,10
Св. 2,00 > 5,00 >	0,20
> 5,00	0,25

Стандарт дополнить разделом — 10:

«10. Атомно-абсорбционный метод определения окиси алюминия в магнизиальных и магнизиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле окиси алюминия свыше 0,05 %)

10.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции раствора пробы в пламени закись азота-ацетилен при резонансной длине волны 309,3 нм.

10.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для алюминия.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1:1 и 1:4.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоживают при температуре $(400 \pm 20)^\circ\text{C}$

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

Натрия перекись.

Магния окись по ГОСТ 4526—75, раствор А: в стакан вместимостью 400 см³ взвешивают 5,0 г окиси магния и растворяют при нагревании в 100 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Затем в воде растворяют 5,0 г углекислого натрия и 9,5 г тетраборнокислого натрия. Раствор подкисляют 150 см³ соляной кислоты 1:1. Углекислый газ удаляют кипячением. Растворы охлаждают, соединяют и переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают; раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Магния окись, раствор Б: в стакан вместимостью 400 см³ взвешивают 5,0 г окиси магния и осторожно растворяют при нагревании в 220 см³ раствора соляной кислоты 1:4. Затем в 100 см³ воды растворяют 20 г перекиси натрия. После этого растворы соединяют и нагревают 5—10 мин до кипения. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 30 %.

Алюминий марки А199,99 Р или марки А995 по ГОСТ 11069—74, стружка.

Стандартный раствор окиси алюминия: 0,5291 г алюминия помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 50 см³ соляной кислоты и 2—3 см³ раствора перекиси водорода, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 1,000 мг окиси алюминия.

10.3. Подготовка к анализу

10.3.1. Кислотное растворение пробы с последующим сплавлением нерастворившегося остатка со смесью для сплавления.

Навеску массой 1,0 г сырья или 0,5 г обожженного материала помещают в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Горячий раствор фильтруют через фильтр средней плотности. Стенки и фильтр обмывают горячей водой. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, фильтр с не-

(Продолжение см. с 161)

растворимым остатком помещают в платиновый тигель и осторожно озоляют. Остаток в тигле сплавляют с 1,0 г смеси для сплавления над горелкой. Сплав охлаждают и растворяют в 5 или максимально 10 см³ раствора соляной кислоты 1:1 без нагревания и переливают в мерную колбу. Содержимое колбы доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

10.3.2. *Разложение пробы спеканием с перекисью натрия*

Навеску пробы массой 2,5 г (1,0 г при массовой доле двуокиси кремния выше 5,0 %) тщательно смешивают в серебряном или платиновом тигле с 5 г перекиси натрия. Тигель накрывают крышкой, переносят в электрическую печь с автоматической регулировкой температуры и нагревают при температуре $(500 \pm 10)^\circ\text{C}$ в течение 5—7 мин.

После охлаждения содержимое тигля переносят в стакан вместимостью 600 см³ и приливают 100 см³ воды для выщелачивания спеченной пробы. Остаток пробы на стенках тигля растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты 1:4 и добавляют в стакан с пробой. Тигель с крышкой ополаскивают водой, стакан накрывают часовым стеклом и приливают 35 см³ раствора соляной кислоты 1:4. Содержимое стакана немного нагревают до растворения и разложения углекислого газа и перекиси водорода. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

10.3.3. Приготовленные по п. 10.3.1 или 10.3.2 растворы должны быть прозрачными. Если при анализе проб с высоким содержанием двуокиси кремния возникли затруднения, связанные с удержанием его в растворе, или раствор мутный вследствие других причин, аликвотную часть раствора, используемого для определения алюминия, нужно фильтровать через сухой плотный фильтр в сухой стакан. Первые две порции фильтрата отбрасывают, следующую порцию используют для определения.

10.4. Проведение анализа

10.4.1. Раствор пробы, приготовленный по п. 10.3.1 или 10.3.2, распыляют в пламени закись азота-ацетилен, слегка обогащенном ацетиленом. Используют резонансную длину волны 309,3 нм. Остальные условия измерений—в соответствии с рекомендациями инструкции к прибору. Записывают значения сигнала из трех измерений. Одновременно с анализом пробы градуируют прибор по стандартным растворам или растворам стандартных образцов, приготовленным по п. 10.3.1 или 10.3.2.

При определении концентрации окиси алюминия более 1,60 % (или 3,2 % при массе навески 0,5 г) растворы анализируемой пробы следует разбавить водой так, чтобы концентрация солей магния и щелочных металлов осталась на

(Продолжение см. с. 162)

уровне неразбавленного раствора пробы. Для этого в растворы перед разбавлением добавляют раствор окиси магния А (при приготовлении раствора пробы по п. 10.3.1) или раствор окиси магния Б (при приготовлении раствора пробы по п. 10.3.2).

10.4.2. Для градуировки прибора непосредственно в единицах концентрации или для построения градуировочного графика готовят стандартные растворы в диапазоне концентрации от 5,0 до 160,0 мг/см³ окиси алюминия.

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют из бюретки: 0,5; 2,0; 5,0; 8,0; 12,0 и 16,0 см³ стандартного раствора окиси алюминия.

Во все колбы добавляют по 50 см³ раствора окиси магния А или Б, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Измерение значений атомной абсорбции стандартных растворов проводят непосредственно перед измерением атомной абсорбции раствора пробы и повторяют после окончания измерений в тех же условиях. На основе полученных средних результатов строят градуировочный график. Массовую долю окиси алюминия находят по градуировочному графику или отсчитывают непосредственно в единицах концентрации.

В процессе измерений атомной абсорбции неоднократно проверяют правильность результатов измерений по растворам стандартных образцов.

Параллельно с измерением атомной абсорбции растворов проб и стандартных растворов измеряют атомную абсорбцию раствора контрольного опыта. После каждого определения распыляют воду до установки нуля.

10.5. Обработка результатов

10.5.1. Массовую долю окиси алюминия (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{C \cdot V \cdot 10^{-1}}{m},$$

где C — массовая концентрация окиси алюминия, найденная по градуировочному графику или отсчитанная по прибору с цифровым отчетом показаний с учетом контрольного опыта, мг/см³;

V — общий объем исходного раствора, см³;

m — масса навески пробы, г.

10.5.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3 и 4.

(ИУС № 7 1990 г.)