

**ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ  
БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕ****Методы определения оксида алюминия****ГОСТ  
20300.6—90**Baddeleyite-corundum refractories.  
Methods for determination of aluminium oxideМКС 81.080  
ОКСТУ 0809Дата 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 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 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, свежеочищенного 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.

## С. 2 ГОСТ 20300.6—90

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 гидроксилamina 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 прокаливают 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

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

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**