

**ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ
БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕ****Методы определения диоксида циркония**Baddeleyite-corundum refractories.
Methods for determination of zirconium dioxide**ГОСТ
20300.3—90**МКС 81.080
ОКСТУ 0809Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический и гравиметрический методы определения диоксида циркония (при массовой доле диоксида циркония не менее 32 %) в огнеупорных бадделеито-корундовых изделиях.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20300.1.

**2. МЕТОД КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ****2.1. Сущность метода**

Метод основан на титровании трилоном Б иона циркония с индикатором ксиленоловым оранжевым.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Тигель платиновый № 100—8 по ГОСТ 6563.

Калий пироксерноокислый по ГОСТ 7172, х.ч. или ч.д.а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, растворы с массовой долей 10 и 25 %.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 2 %, к которому добавляют аммиак до слабощелочной реакции по метилроту.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Бумага конго красная.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 10 %.

Метилловый красный (метилрот) по ТУ 6—09—5169, спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Индикатор ксиленоловый оранжевый, водный раствор с массовой долей 0,2 %.

Цирконий азотнокислый, стандартный раствор; готовят следующим образом: 0,2 г х.ч. азотно-кислого циркония растворяют в 100—150 см³ дистиллированной воды, фильтруют раствор через фильтр «белая лента», добавляют 90 см³ концентрированной соляной кислоты, разбавляют водой до объема 1 дм³ и тщательно перемешивают.

Точную концентрацию раствора устанавливают гравиметрическим способом. Для этого отбирают бюреткой в три стакана вместимостью по 350—400 см³ соответственно 15, 20, 25 см³ раствора. Добавляют в каждый стакан 3 см³ концентрированной соляной кислоты и разбавляют водой до 100 см³, нагревают растворы до кипения, прибавляют по 2—4 капли спиртового раствора метилрота и подщелачивают раствором аммиака с массовой долей 10 % до появления желтого цвета. Затем кипятят 1—2 мин при энергичном перемешивании стеклянной палочкой и ставят стакан на теплую баню на 15—20 мин для коагуляции осадка гидроокисей. Отфильтровывают осадки гидроокисей циркония на фильтр «белая лента» и промывают горячим раствором азотнокислого аммония до

С. 2 ГОСТ 20300.3—90

исчезновения в промывных водах иона хлора (реакция раствора азотнокислого серебра с массовой долей 1 % на подкисленную азотной кислотой промывную воду). Затем фильтры с осадками помещают в предварительно прокаленные и взвешенные платиновые тигли, осторожно озоляют и прокаливают при температуре 1100—1200 °С до постоянной массы.

Концентрацию раствора азотнокислого циркония (C) в г/см³ в пересчете на диоксид циркония вычисляют как среднее арифметическое результатов трех определений по формуле

$$C = \frac{m_1 + m_2 + m_3}{15 + 20 + 25} = \frac{\Sigma m}{60},$$

где m_1, m_2, m_3 — масса диоксида циркония в первом, втором и третьем тиглях, г;

15, 20, 25 — объемы раствора азотнокислого циркония соответственно в первом, втором и третьем стаканах, см³;

Σm — общая масса диоксида циркония, полученная из 60 см³ раствора азотнокислого циркония, г.

Допускается также приготовление стандартного раствора диоксида циркония из стандартных образцов цирконийсодержащих огнеупоров или диоксида циркония ос. ч.

Трилон Б, 0,025 М раствор готовят следующим образом: взвешивают 9,31 г сухого трилона Б и растворяют в 150—200 см³ дистиллированной воды при слабом нагревании. Раствор фильтруют через фильтр «белая лента», разбавляют водой до 1 дм³ и тщательно перемешивают.

Для установки коэффициента молярности раствора трилона Б по диоксиду циркония в три конические колбы вместимостью по 250 см³ отбирают по 25 см³ раствора азотнокислого циркония и нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25 % (до покраснения бумаги «конго красная»). Затем в раствор добавляют 3 см³ концентрированной серной кислоты, доводят до 100 см³ и кипятят на электрической плитке 1—2 мин, после чего добавляют 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, 10 капель индикаторного раствора ксиленолового оранжевого и титруют до перехода окраски из красного цвета в желтый. Отмечают количество кубических сантиметров трилона Б, потраченное на титрование, и рассчитывают коэффициент молярности трилона Б (K) по формуле

$$K = \frac{25 \cdot K_1}{V},$$

где 25 — количество раствора азотнокислого циркония, взятое для титрования соответственно в первый, второй и третий стаканы, см³;

K_1 — коэффициент молярности азотнокислого циркония;

V — объем раствора трилона Б, использованный на титрование, см³.

2.3. Проведение анализа

Отбирают пипеткой 50 см³ раствора, полученного, как указано в ГОСТ 20300.2, п. 2.3 или 3.4, и помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³. В раствор опускают бумагу конго и по каплям приливают 25 %-ный раствор аммиака до покраснения бумаги и появления мути. Затем сразу приливают 3 см³ концентрированной серной кислоты до полного растворения гидроокиси и разбавляют раствор водой до объема 100 см³.

Нагревают раствор до кипения, прибавляют 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина (для маскирования железа), 10 капель индикаторного раствора ксиленолового оранжевого и титруют 0,025 М раствором трилона Б до перехода окраски раствора из красной в желтую. Отмечают количество кубических сантиметров 0,025 М раствора трилона Б, израсходованное на титрование циркония. Раствор после титрования циркония оставляют для определения алюминия.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю диоксида циркония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{K \cdot V \cdot 0,00308 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

где K — коэффициент молярности 0,025 М раствора трилона Б, установленный по соли циркония;

V — объем 0,025 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

0,00308 — масса диоксида циркония, соответствующая 1 см³ точно 0,025 М раствора трилона Б, г;

V_1 — общий объем раствора, см³;

m — масса пробы, г;

V_2 — объем аликвотной части, см³.

2.4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,30 %.

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении фосфата циркония в растворе циркония фосфатом аммония.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические 1-го класса с разновесами.

Печь муфельная с силитовыми стержнями, обеспечивающая температуру нагрева $(1200 \pm 50)^\circ\text{C}$.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 5 %.

3.3. Проведение анализа

От раствора, полученного, как указано в п. 2.3, отбирают 50 см^3 в стакан вместимостью 300 см^3 , прибавляют 10 см^3 концентрированной серной кислоты, $0,7\text{ г}$ двузамещенного фосфорнокислого аммония, доводят до 100 см^3 дистиллированной водой и нагревают до кипения на электрической плитке. Раствор оставляют на ночь. Осадок отфильтровывают через фильтр «синяя лента» и промывают несколько раз 150 см^3 раствора азотнокислого аммония.

Осадок фосфата циркония на фильтре переносят в прокаленный и взвешенный платиновый тигель, подсушивают, а затем прокаливают 2 ч в муфельной печи при температуре $(1200 \pm 50)^\circ\text{C}$ до постоянной массы.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю диоксида циркония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 0,465 \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

где m_1 — масса прокаленного фосфата циркония, г;

V — общий объем раствора, см^3 ;

0,465 — коэффициент пересчета фосфата циркония на диоксид циркония;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3 ;

m — масса пробы, г.

3.4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,30 %.

3.4.3. Гравиметрический метод определения содержания диоксида циркония применяют при разногласиях в оценке качества.

3.4.4. Допускается определять содержание диоксида циркония из отдельной навески по ГОСТ 13997.4.

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 20300.3—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 3118—77	2.2	ГОСТ 7172—76	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2	ГОСТ 13997.4—84	3.4.4
ГОСТ 3772—74	3.2	ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2	ГОСТ 20300.1—90	1
ГОСТ 5456—79	2.2	ГОСТ 20300.2—90	2.3
ГОСТ 6563—75	2.2	ГОСТ 22867—77	2.2, 3.2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ