

**МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ  
ЦИРКОНИЙСОДЕРЖАЩИЕ**

**ГОСТ  
13997.7—84**

**Методы определения окиси алюминия**

Zirconium containing refractory materials and products.  
Methods for determination of aluminium oxide

МКС 81.080  
ОКСТУ 1509

**Дата введения 01.07.85**

Настоящий стандарт устанавливает методы определения окиси алюминия в материалах и изделиях огнеупорных цирконийсодержащих: фотометрический метод определения окиси алюминия с хромазуролом С (при массовой доле окиси алюминия от 0,5 до 3 %); комплексонометрический метод определения окиси алюминия в цирконистых огнеупорах (при массовой доле окиси алюминия от 1 до 30 %) и комплексонометрический метод определения окиси алюминия (при массовой доле окиси алюминия до 95 %).

Стандарт соответствует СТ СЭВ 4428—83 в части комплексонометрического метода определения окиси алюминия в огнеупорных материалах и изделиях из них с массовой долей двуокиси циркония до 65 % (кроме бадделеитовых).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13997.0.

## 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ

### 2.1. Сущность метода

Метод основан на отделении алюминия от циркония (гафния), титана и железа обработкой раствора щелочью, переведением алюминия в алюминат и фотометрическом определении в виде окрашенного комплексного соединения с хромазуролом С.

### 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типа КФК-2 и другие, обеспечивающие требуемую точность измерения.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:3 и растворы молярной концентрации эквивалента соляной кислоты 0,25 и 0,5 моль/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., раствор с массовой долей 10 %, хранят в полиэтиленовом сосуде.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор молярной концентрации эквивалента уксусной кислоты 0,2 моль/дм<sup>3</sup>.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199.

Раствор буферный ацетатный с pH 5,4—5,6: 49 г уксуснокислого натрия растворяют в воде, добавляют 200 см<sup>3</sup> раствора 0,2 моль/дм<sup>3</sup> уксусной кислоты и доливают водой до 2 дм<sup>3</sup>.

Индикатор метиловый оранжевый (натрий пара-диметиламиноазобензолсульфокислый) раствор с массовой долей 0,1 %.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Хромазурол С, раствор с массовой долей 0,05 %: 0,5 г хромазурола С растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды при слабом нагревании (на водяной бане). К охлажденному раствору приливают 125 см<sup>3</sup> этилового



## C. 2 ГОСТ 13997.7—84

спирта, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор годен в течение 15 сут.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069, стружка или А99, 99р.

Стандартный раствор хлористого алюминия: навеску массой 0,5294 г металлического алюминия растворяют в 150 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают. (Для приготовления стандартного раствора используют также соли алюминия квалификации особой чистоты).

Стандартный раствор хлористого алюминия с массовой концентрацией окиси алюминия 0,0010 г/см<sup>3</sup> (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор: 20 см<sup>3</sup> стандартного раствора А разбавляют в мерной колбе вместимостью 200 см<sup>3</sup>. Применяют раствор в день приготовления.

Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией окиси алюминия 0,0001 г/см<sup>3</sup> (раствор Б).

Допускается применение в качестве исходного материала для приготовления стандартного раствора окиси алюминия спектральной чистоты или квалификации особой чистоты: 0,5 г окиси алюминия, предварительно прокаленной при 1000 °С в течение 2 ч, сплавляют в платиновом тигле с 5—6 г пиросернокислого калия, сплав растворяют в растворе соляной кислоты 0,5 моль/дм<sup>3</sup>, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят до метки тем же раствором соляной кислоты и перемешивают.

Стандартный раствор алюминия с массовой концентрацией окиси алюминия 0,0010 г/см<sup>3</sup> (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор готовят разбавлением стандартного раствора алюминия, как указано выше.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Аликвотную часть раствора 1 после гравиметрического определения двуокиси кремния по ГОСТ 13997.3, равную 50 см<sup>3</sup>, или 50—100 см<sup>3</sup> раствора 1 или 2 по ГОСТ 13997.4 переносят в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, подогревают до кипения и при перемешивании стеклянной палочкой добавляют до выпадения осадка раствор гидроокиси натрия с массовой долей 10 % и после этого еще 25 см<sup>3</sup> в избыток. Содержимое стакана доводят до кипения, кипятят 5—10 мин, охлаждают, переводят вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор фильтруют через сухой фильтр диаметром 11 см «красная лента» в стакан. Первыми двумя—трemaиями смывают стакан, отбирают аликвотные части фильтрата: 10 см<sup>3</sup> — при массовой доле окиси алюминия менее 1,0 %; 5 см<sup>3</sup> — при массовой доле окиси алюминия от 1,0 до 3,0 %.

Аликвотную часть раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют одну каплю раствора индикатора метилового оранжевого и нейтрализуют раствором соляной кислоты 0,25 моль/дм<sup>3</sup> до перехода окраски раствора из желтой в розовую от одной капли раствора кислоты. При помешивании приливают 5 см<sup>3</sup> раствора хромазурола С, 30 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора с pH 5,5—5,6, доводят до метки водой и перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 530—550 нм) в кювете с толщиной слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые по ходу анализа реактивы.

Массу окиси алюминия в граммах находят по градуировочному графику.

### 2.3.2. Построение градуировочного графика

Исходные растворы для построения градуировочного графика готовят в мерных колбах вместимостью 250 см<sup>3</sup>, соблюдая все операции хода анализа.

В стаканы вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> отмеряют бюреткой аликвотные части градуировочного стандартного раствора алюминия: 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 см<sup>3</sup>. Во все стаканы прибавляют мерным цилиндром по 50 см<sup>3</sup> раствора контрольного опыта, подогревают до кипения и при помешивании приливают мерным цилиндром по 40 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия с массовой долей 10 %. Растворы кипятят 5—10 мин, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки, перемешивают.

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой по 5 см<sup>3</sup> исходных растворов, что соответствует 0,000005; 0,000010; 0,000020; 0,000030; 0,000040; 0,000050; 0,000060 г окиси алюминия. Добавляют одну каплю раствора индикатора метилового оранжевого и нейтрализуют раствором соляной кислоты 0,25 моль/дм<sup>3</sup> до перехода окраски раствора из желтой в розовую от одной капли раствора кислоты. При помешивании приливают по 5 см<sup>3</sup> раствора хромазурола С, 30 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора с pH 5,5—5,6, доводят до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность, как указано выше.

По найденным средним арифметическим значениям оптической плотности из трех серий опытов и соответствующим им массам окиси алюминия в граммах строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю окиси алюминия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot V \cdot 250 \cdot 100}{V_1 \cdot V_2 \cdot m_1},$$

где  $m$  — масса окиси алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

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

250 — разбавление аликовтной части раствора после обработки гидроокисью натрия, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — аликовтная часть исходного раствора, взятая для определения окиси алюминия (50 или 100), см<sup>3</sup>;

$V_2$  — аликовтная часть раствора (5 или 10), взятая для фотометрирования, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса навески, г.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерений массовой доли окиси алюминия приведены в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси алюминия, %	$\Delta, \%$	Допускаемое расхождение, %		
		$d_k$	$d_2$	$\delta$
От 0,5 до 1 включ.	0,09	0,12	0,10	0,06
Св. 1 » 2 »	0,13	0,16	0,14	0,08
» 2 » 5 »	0,2	0,3	0,2	0,1
» 5 » 10 »	0,3	0,4	0,3	0,2
» 10 » 20 »	0,4	0,5	0,4	0,3
» 20 » 30 »	0,7	0,8	0,7	0,4

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на отделении алюминия от циркония (гафния), титана и железа обработкой анализируемого раствора щелочью и переводом алюминия в алюминат.

Алюминий определяют методом обратного комплексонометрического титрования в среде ацетатного буферного раствора при pH 4,8—5,0 с использованием индикатора 1,2-(пиридил-азо)-2-нафтола (ПАН), в качестве титранта используют раствор сернокислой меди (допускается применять индикатор ксиленоловый оранжевый и использовать в качестве титранта раствор уксуснокислого цинка).

#### 3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., растворы с массовой долей 20 и 10 %, хранят в полиэтиленовых сосудах.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 % и разбавленный 1:1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор с массовой долей 20 %.

## C. 4 ГОСТ 13997.7—84

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 2 % с добавлением нескольких капель аммиака.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup>: 12,52 г медного купороса ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) растворяют в воде, приливают 2 см<sup>3</sup> серной кислоты плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> на 1000 см<sup>3</sup> раствора.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N' N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Индикатор 1,2-(пиридинил-азо)-2-нафтол (ПАН), спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм<sup>3</sup>.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199.

Буферный ацетатный раствор с pH 4,8—5,0: 1000 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты смешивают с 1000 см<sup>3</sup> раствора, содержащего 540 г уксуснокислого натрия.

Индикаторная бумага конго.

Стандартный раствор хлористого алюминия: точную навеску массой 0,65—0,66 г металлического алюминия особой чистоты растворяют в 150 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

Для приготовления стандартного раствора возможно применение окиси алюминия спектральной чистоты и солей алюминия квалификации особой чистоты.

Массовую концентрацию стандартного раствора алюминия ( $C$ ), выраженную в г/см<sup>3</sup> окиси алюминия, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m \cdot 1,8895}{1000},$$

где  $m$  — масса навески металлического алюминия, г;

1,8895 — фактор пересчета металлического алюминия на окись алюминия.

Соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди ( $K$ ) устанавливают по ГОСТ 13997.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси алюминия

В коническую колбу вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора хлористого алюминия, приливают 2—3 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 100 см<sup>3</sup> воды и 25 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, перемешивают и нагревают до кипения. Остывший до 70—80 °С раствор нейтрализуют раствором аммиака (1:1) до слабо-розового цвета бумаги конго, приливают 10 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора с pH 4,8—5,0, 5 капель индикатора ПАН и титруют раствором сернокислой меди до перехода желто-зеленой окраски раствора в сине-фиолетовую. Проводят три параллельных титрования.

Массовую концентрацию раствора трилона Б ( $C_1$ ), выраженную в г/см<sup>3</sup> окиси алюминия, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{C \cdot 10}{V - K \cdot V_1},$$

где  $C$  — массовая концентрация стандартного раствора алюминия, выраженная в г/см<sup>3</sup> окиси алюминия;

10 — объем стандартного раствора хлористого алюминия, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V$  — объем прилитого раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

$K$  — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску материала массой 0,2 г сплавляют по ГОСТ 13997.6, разд. 3. Остывший сплав опускают вместе с тиглем в стакан вместимостью 400—500 см<sup>3</sup>, в который предварительно наливают 60 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:3), нагретой до 70—80 °С. Растворение сплава заканчивают на

закрытой электроплитке со слабым нагревом или используют аликвотную часть раствора 1 ГОСТ 13997.3, равную 100 см<sup>3</sup> или 50—100 см<sup>3</sup> раствора 1 или 2 ГОСТ 13997.4, разд. 2.

При анализе цирконийсодержащих материалов, стабилизированных окисью магния, к раствору приливают 20 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, осаждают цирконий (гафний), титан, железо, алюминий аммиаком, добавляя его до слабого запаха. Раствор с осадком нагревают до кипения, дают осадку осесть и отфильтровывают на фильтр диаметром 11 см «красная лента». Осадок промывают 8—10 раз горячим раствором азотнокислого аммония. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, подсушивают, озолят и сплавляют со смесью для сплавления.

Нагревают раствор до 50—60 °С, при перемешивании добавляют до выпадения осадка раствор гидроокиси натрия с массовой долей 10 % и после этого добавляют 25 см<sup>3</sup> в избыток.

Содержимое стакана доводят до кипения, кипятят 5—10 мин, охлаждают, переводят вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой, перемешивают (раствор В).

В коническую колбу вместимостью 500—700 см<sup>3</sup> отбирают через сухой фильтр, предварительно отбросив первые две порции фильтрата, аликвотную часть раствора В 250 см<sup>3</sup>.

Раствор алюмината натрия нейтрализуют раствором соляной кислоты по бумаге конго до синего цвета бумаги и приливают в избыток 1 см<sup>3</sup> кислоты. Затем добавляют к раствору 20—45 см<sup>3</sup> раствора трилона Б в зависимости от содержания окиси алюминия. Раствор нагревают до кипения. Остывший до 70—80 °С раствор нейтрализуют раствором аммиака (1:1) по бумаге конго до изменения ее цвета до слабо-розового, приливают 10 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора с pH 4,8—5,0, 5 капель раствора индикатора ПАН и титруют раствором сернокислой меди до перехода желто-зеленой окраски в сине-фиолетовую.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю окиси алюминия ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - K \cdot V_1) C_1 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot V_2},$$

где  $V$  — объем прилитого раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора сернокислой меди, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$K$  — соотношение между растворами трилона Б и сернокислой меди;

$C_1$  — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см<sup>3</sup> окиси алюминия;

500 — объем исходного раствора анализируемого материала, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г;

$V_2$  — аликвотная часть раствора, взятая для титрования, см<sup>3</sup>.

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерений массовой доли окиси алюминия приведены в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ (в оgneупорных материалах и изделиях из них с массовой долей двуокиси циркония до 65 %, кроме бадделейтовых)

#### 4.1. Сущность метода

Метод основан на отделении алюминия в виде алюмината и определении его методом обратного комплексонометрического титрования при pH 5,5 с использованием индикатора ксиленолового оранжевого и в качестве титранта — раствора уксуснокислого цинка.

#### 4.2. Аппаратура, реагенты и растворы

Печи муфельные с нагревом до 700—800 °С и 1000—1100 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563, № 100—7, 100—9.

Крышки платиновые по ГОСТ 6563, № 101—7 и 101—9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

## C. 6 ГОСТ 13997.7—84

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоживают по ГОСТ 13997.3, разд. 3.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 20 %; хранят в полиэтиленовом сосуде.

Гексаметилентетрамин (уротропин).

Бумага индикаторная универсальная.

Индикатор ксиленоловый оранжевый, смесь с хлористым калием в соотношении 1:100.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3 %.

Индикатор метиловый оранжевый (натрий пара-диметиламиноазобензолсульфокислый) водный раствор с массовой долей 0,1 %.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823, раствор молярной концентрации эквивалента цинка уксуснокислого 0,05 моль/дм<sup>3</sup>: 10,972 г уксуснокислого цинка растворяют в воде, прибавляют 2 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации эквивалента трилона Б 0,05 моль/дм<sup>3</sup>: 18,613 г трилона Б растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069, стружка или А99, 99р.

Стандартный раствор алюминия: 1,3491 г металлического алюминия помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании в 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Стандартный раствор алюминия с массовой концентрацией окиси алюминия 0,002549 г/см<sup>3</sup>.

Устанавливают соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка: в коническую колбу отмеривают 25 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, добавляют 1—2 г гексаметилентетрамина и около 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого с хлористым калием, затем титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода желтого цвета в красный.

Соотношение между раствором трилона Б и раствором уксуснокислого цинка ( $K_1$ ) вычисляют по формуле

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

где  $V$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование 25 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, см<sup>3</sup>.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси алюминия

25 см<sup>3</sup> стандартного раствора алюминия помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> и нейтрализуют раствором аммиака до получения pH от 2 до 3 по универсальной индикаторной бумаге. Затем приливают в избыток 50 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, добавляют около 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого с хлористым калием и кипятят 3 мин. После охлаждения раствор нейтрализуют раствором аммиака до перехода окраски из желтой в красно-фиолетовую. Затем добавляют от 3 до 5 г сухого гексаметилентетрамина и по каплям раствор соляной кислоты (1:1) до перехода окраски раствора в желтую (pH 5,5). Снова кипятят 3 мин, охлаждают до комнатной температуры и разбавляют водой до 250 см<sup>3</sup>. Если раствор фиолетового цвета, то прибавляют несколько капель уксусной кислоты до перехода окраски раствора в желтый цвет.

Избыток трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка до появления красно-фиолетовой окраски.

Массовую концентрацию раствора трилона Б ( $C_1$ ), выраженную в г/см<sup>3</sup> окиси алюминия, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{25 \cdot 0,002549}{50 - V_1 \cdot K_1},$$

где 25 — объем стандартного раствора алюминия, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

50 — объем прилитого раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

$K_1$  — соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка.

Теоретическая массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см<sup>3</sup> окиси алюминия, равна 0,0025484.

#### 4.3. Проведение анализа

Навеску материала массой 1 г помещают в платиновый тигель. Если анализируемый материал содержит много органических веществ или свободный углерод, прокаливают от 0,5 до 1 ч при 700 °С в окислительной среде. Пробу смешивают с 10—12 г смеси для сплавления, накрывают тигель платиновой крышкой, помещают в муфельную печь, нагретую до 700 °С, и постепенно повышают температуру до (1100±50) °С. При этой температуре проводят сплавление в течение 1 ч до получения прозрачного расплава.

Тигель со сплавом охлаждают примерно до 100 °С, помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, содержащий 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом. Растворяют при слабом нагревании, а при анализе материала с высоким содержанием двуокиси кремния — без нагревания. После полного растворения сплава тигель, крышку и часовое стекло тщательно ополаскивают горячей водой, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Для определения массовой доли окиси алюминия допускается использовать также аликвотную часть раствора 1 после выделения двуокиси кремния по ГОСТ 13997.3.

В зависимости от массовой доли окиси алюминия в пробе в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> отмеривают аликвотную часть исходного раствора объемом, указанным в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси алюминия, %	Объем аликвотной части исходного раствора, см <sup>3</sup>	Объем раствора трилона Б, см <sup>3</sup>
До 15	100	25
Св. 15 » 30	100	35
» 30 » 50	50	35
» 50 » 70	50	40
» 70 » 95	50	50

Раствор нагревают до кипения и при постоянном перемешивании добавляют в него раствор гидроокиси калия до выпадения осадка и 25 см<sup>3</sup> в избыток. Потом добавляют 3—4 капли перекиси водорода и опять нагревают до кипения. После отстаивания осадок фильтруют через фильтр «красная лента» и промывают 3—4 раза горячей водой.

Фильтрат и промывные воды собирают в коническую колбу, добавляют раствор трилона Б в объеме, указанном в табл. 1, и несколько капель раствора индикатора метилового оранжевого. Добавляют раствор соляной кислоты до изменения цвета из желтого в красно-фиолетовый и несколько капель в избыток. Раствор кипятят в течение 3 мин, прибавляют 3—5 г гексаметилентетрамина, нагревают до кипения, кипятят 3 мин и охлаждают до комнатной температуры.

В раствор добавляют 0,1 г сухой индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и приливают раствор трилона Б с избытком, оттитровывают избыток трилона Б раствором уксуснокислого цинка до изменения окраски раствора из оранжевой в красную.

**4.4. Обработка результатов**

4.4.1. Массовую долю окиси алюминия ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_3 \cdot K_1) \cdot C_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_4},$$

где  $V_2$  — объем добавленного раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$K_1$  — соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка;

$C_1$  — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см<sup>3</sup> окиси алюминия;

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

$m$  — масса навески, г;

$V_4$  — объем аликвотной части исходного раствора, см<sup>3</sup>.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 15 включ.	0,2
Св. 15 » 35 »	0,3
» 35 » 60 »	0,4
» 60 » 95 »	0,5

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

Л.А. Коробка, Г.И. Дмитренко, Г.А. Павлова

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.09.84 № 3242

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 13997.5-78

## 4. Стандарт соответствует СТ СЭВ 4428-83 в части комплексонометрического метода

## 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61-75	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 6563-75	4.2
ГОСТ 83-79	4.2	ГОСТ 10652-73	3.2, 4.2
ГОСТ 199-78	2.2, 3.2	ГОСТ 10929-76	4.2
ГОСТ 3118-77	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 11069-2001	2.2, 4.2
ГОСТ 3760-79	3.2, 4.2	ГОСТ 13997.0-84	1.1
ГОСТ 3773-72	3.2	ГОСТ 13997.3-84	2.3.1, 3.3.1, 4.2, 4.3
ГОСТ 4165-78	3.2	ГОСТ 13997.4-84	2.3.1, 3.2, 3.3.1
ГОСТ 4199-76	4.2	ГОСТ 13997.6-84	3.3.1
ГОСТ 4204-77	3.2	ГОСТ 18300-87	2.2, 3.2
ГОСТ 4234-77	4.2	ГОСТ 22867-77	3.2
ГОСТ 4328-77	2.2, 3.2	ГОСТ 24363-80	4.2
ГОСТ 5823-78	4.2		

## 6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7-95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-95)

## 7. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в ноябре 1989 г. (ИУС 2-90)