

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения окиси алюминия»

Refractories and refractory raw materials. Methods for the determination of aluminium oxide».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначения: (СТ СЭВ 2217—80, СТ СЭВ 4548—84, СТ СЭВ 6585—89).

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземоизвестковые, высокомагнезиальные, магнезиально-известковые, известково-магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные и карбидкремниевые и устанавливает методы определения окиси алюминия:

комплексометрические при массовой доле окиси алюминия от 0,5 до 99 %; фотометрические при массовых долях окиси алюминия 0,05 до 1 % для высокомагнезиальных и магнезиально-известковых и до 1,5 % для кремнеземистых»; второй абзац исключить.

Пункт 2.2. Девятый абзац после значения 1:1 дополнить значением: 1:2; заменить слова: «раствор 300 г/дм<sup>3</sup>» на «раствор с массовой долей 30 %»; после значения 0,025 моль/дм<sup>3</sup> дополнить словами: «или 0,05 моль/дм<sup>3</sup>»;

заменить слова: «раствор 20 г/дм<sup>3</sup>» на «раствор с массовой долей 2 %»; «раствор 1 г/дм<sup>3</sup>» на «раствор с массовой долей 0,1 %»; «раствор 10 г/дм<sup>3</sup>» на «раствор с массовой долей 1 %»;

дополнить абзацами: «Цинк гранулированный. Стандартный раствор цинка: точную навеску цинка массой 0,75—0,90 г растворяют в 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:3), переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора цинка ( $C_1$ ), г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C_1' = \frac{m_1}{500},$$

где  $m_1$  — масса навески цинка, г.

Индикатор кислородный оранжевый: 0,2 г индикатора растирают с 20 г хлористого калия, смесь хранят в сосуде из темного стекла.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77».

Пункт 2.2.1 дополнить абзацами: «Допускается массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливать по стандартному раствору цинка. Для этого в коническую колбу вместимостью 300 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора цинка, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>, нагревают до кипения, прибавляют 10 см<sup>3</sup> буферного раствора с рН 4,8—5,0, 0,15—0,20 г индикатора кислородного оранжевого и титруют раствором трилона Б от малиновой до желтой окраски.

Массовую концентрацию раствора трилона Б ( $C_2'$ ), г/см<sup>3</sup>, окиси алюминия вычисляют по формуле

$$C_2' = \frac{C_1' \cdot 10 \cdot 50,98}{V_2 \cdot 65,37},$$

где  $C_1'$  — массовая концентрация стандартного раствора цинка, г/см<sup>3</sup>;

10 — объем стандартного раствора цинка, взятый на титрование, см<sup>3</sup>;

50,98 — молекулярная масса окиси алюминия, деленная на два, г;

$V_2$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

65,37 — молекулярная масса цинка, г».

(Продолжение см. с. 120)

Пункт 2.3 дополнить абзацем: «Допускается для определения окиси алюминия использовать раствор 1 по ГОСТ 2642.3—86 (разд. 2)».

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли окиси алюминия приведены в таблице.

Массовая доля окиси алюминия, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %			
	$\Delta$	$d_K$	$d_2$	$\delta$
От 0,05 до 0,1 включ.	0,03	0,04	0,03	0,02
Св. 0,1 » 0,2 »	0,04	0,05	0,04	0,03
» 0,2 » 0,5 »	0,07	0,08	0,07	0,04
» 0,5 » 1 »	0,08	0,10	0,08	0,05
» 1 » 2 »	0,09	0,12	0,10	0,06
» 2 » 5 »	0,14	0,20	0,15	0,10
» 5 » 10 »	0,20	0,25	0,20	0,15
» 10 » 20 »	0,3	0,4	0,3	0,2
» 20 » 50 »	0,5	0,6	0,5	0,3
» 50 » 99 »	0,6	0,7	0,6	0,4

Раздел 3. Наименование. Заменить значение: 1 на 0,5.

Пункт 3.1 изложить в новой редакции:

«3.1. Сущность метода

Метод основан на комплексонометрическом определении окиси алюминия после предварительного отделения двуокиси кремния в кварцитах, кремнеземистых, карбидкремниевых, окисей кальция и магния в высокомагнезиальных, глиноземоизвестковых, магнезиально-известковых, магнезиально-шпинелидных, магнезиально-силикатных, окиси хрома в магнезиально-шпинелидных огнеупорных материалах и изделиях».

Пункт 3.2. Заменить слова: «раствор 250 г/дм<sup>3</sup>» на «раствор с массовой долей 25 %»; «раствор 300 г/дм<sup>3</sup>» на «раствор с массовой долей 30 %»;

после слов «по ГОСТ 7172—76» дополнить словами: «или натрий пироксерно-кислый»; заменить слова: «раствор 20 г/дм<sup>3</sup>» на «раствор с массовой долей 2 %»; «раствор 1 г/дм<sup>3</sup>» на «раствор с массовой долей 0,1 %»;

дополнить абзацами: «Серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 0,5 %.

Аммоний надсерно-кислый по ГОСТ 20478—75, раствор с массовой долей 20 %.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор молярной концентрации 0,05 или 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 13,52 или 6,76 г хлорного железа растворяют в 1000 см<sup>3</sup> соляно-кислого раствора, приготовленного из расчета 1,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты на 1 см<sup>3</sup> воды».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.2.1, 3.2.2: «3.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси алюминия

В коническую колбу вместимостью 300 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора окиси алюминия, приготовленного по п. 2.2, приливают 2—3 см<sup>3</sup> соляной кислоты, около 100 см<sup>3</sup> воды, 25 см<sup>3</sup> раствора трилона Б. Раствор нагревают до кипения, дают немного остыть и нейтрализуют раствором аммиака до красного цвета индикаторной бумаги конго, добавляют 10 см<sup>3</sup> буферного раствора с pH 4,8—5,0, 1 см<sup>3</sup> сульфосалициловой кислоты, охлаждают до комнатной температуры и оттитровывают избыток раствора трилона Б раствором хлорного железа до появления желто-кирпичной окраски. Проводят три параллельных титрования.

(Продолжение см. с. 121)

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

$$C_1 = \frac{10 \cdot C}{(V_1 - KV_2)}$$

где 10 — объем стандартного раствора окиси алюминия, взятого по п. 2.2, см<sup>3</sup>;

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

$V_1$  — объем прилитого раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

$K$  — соотношение раствора трилона Б и хлорного железа;

$V_2$  — объем раствора хлорного железа, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

3.2.2. Соотношение растворов трилона Б и хлорного железа устанавливают следующим образом: 10 см<sup>3</sup> раствора трилона Б помещают в коническую колбу вместимостью 300 см<sup>3</sup>, приливают примерно 100 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> буферного раствора с рН 4,8—5,0, 1 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты и титруют раствором хлорного железа до желто-кирпичной окраски. Проводят три параллельных титрования. Соотношение между растворами трилона Б и хлорного железа вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_3}{V_4}$$

где  $V_3$  — объем раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

$V_4$  — объем раствора хлорного железа, см<sup>3</sup>.

Пункты 3.3.1, 3.3.2 изложить в новой редакции: «3.3.1. Определение окиси алюминия в кремнеземистых огнеупорных материалах и изделиях и кварцитах.

Навеску материала массой 0,5 г помещают в платиновый тигель, смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 0,5 см<sup>3</sup> серной кислоты, 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха на электроплитке со слабым нагревом при периодическом помешивании при помощи щипцов. Сухой остаток нагревают в муфельной печи при температуре (600±20)°С до полного удаления паров серной кислоты. Остаток в тигле смешивают с 3—5 г пиросерно-кислого калия или пиросерно-кислого натрия и сплавляют в муфельной печи до получения прозрачного расплава. Сплав помещают в стакан, растворяют горячей водой с добавлением 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:3) (раствор 1).

Полученный прозрачный раствор охлаждают до (40—50)°С, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до красного цвета бумаги конго и добавляют 15—20 см<sup>3</sup> в избыток. Раствор с осадком кипятят 3—5 мин, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой складчатый фильтр, отбросив первые две порции фильтрата, отбирают аликвотную часть раствора 100 см<sup>3</sup>, помещают ее в коническую колбу вместимостью 300 см<sup>3</sup>, нейтрализуют соляной кислотой до синего цвета бумаги конго и дают 3—5 см<sup>3</sup> в избыток. В полученный кислый раствор приливают от 15 до 40 см<sup>3</sup> 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б в зависимости от массовой доли окиси алюминия и далее анализ проводят по п. 2.3.

В случае необходимости контроля окиси железа допускается последовательное определение окиси железа и окиси алюминия. При массовой доле окиси алюминия до 5 % раствор 1 переводят в коническую колбу вместимостью 300 см<sup>3</sup>, при массовой доле свыше 5 % — в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и отбирают аликвотную часть раствора 100 см<sup>3</sup>.

Определение окиси железа проводят по ГОСТ 2642.5—86 (разд 3).

В раствор после титрования железа прибавляют от 15 до 40 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, нагревают до 70—80°С, нейтрализуют раствором аммиака до переходного цвета бумаги конго, приливают 10—15 см<sup>3</sup> буферного раствора с рН 4,8—5,0, 5—7 капель индикатора ПАН и оттитровывают избыток трилона Б раствором серно-кислой меди до перехода окраски раствора из желтой в синефиолетовую.

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

(Продолжение см. с. 122)

$$X = \frac{(V - KV_1) \cdot C_2 \cdot 100}{m},$$

где  $V$  — объем прилитого раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;  
 $K$  — соотношение между растворами трилона Б и серно-кислой меди,  
 $V_1$  — объем раствора серно-кислой меди, израсходованной на титрование, см<sup>3</sup>;  
 $C_2$  — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см<sup>3</sup> окиси алюминия;  
 $m$  — масса навески, г.

Допускается использовать растворы 1 или 3, полученные по ГОСТ 2642.3—86 (разд. 2, 5).

3.3.2. Определение окиси алюминия в высокомагнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях

Навеску материала массой 0,2—0,5 г помещают в платиновый тигель, смешивают с 5—6 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при температуре (1000±50) °С в течение 15—20 мин. Остывший тигель со сплавом помещают в стакан, в который предварительно налито 60 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:3), нагретой до кипения, и дальнейшее растворение ведут при нагревании на электроплитке (раствор 2).

Допускается готовить анализируемый раствор без сплавления навески. Для этого навеску материала массой 0,5 г растворяют в 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:3) с добавлением 5—6 капель азотной кислоты. Растворение ведут при нагревании до полного растворения навески. В стакан добавляют 50—70 см<sup>3</sup> горячей воды и доводят до кипения (раствор 2а).

В полученные растворы 2 или 2а приливают 15 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония и осаждают сумму полуторных окислов и кремниевую кислоту раствором аммиака или уротропина. Отфильтровывают осадок на неплотный фильтр (красная лента), промывают его 7—8 раз горячим раствором азотно-кислого аммония. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> (раствор 3), который может быть использован для определения окисей кальция и магния.

Промытый осадок вместе с фильтром помещают в стакан, где велось осаждение, и растворяют в 20—30 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:20), раствор разбавляют водой приблизительно до 100 см<sup>3</sup> и нагревают до кипения.

Допускается осадок полуторных окислов озолить и сплавить со смесью для сплавления с последующим растворением сплава в 60 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:3).

Полученные растворы используют для последовательного определения окисей алюминия (п. 3.3.1) и железа (ГОСТ 2642.5—86 разд. 3).

Допускается в качестве обратного титранта использовать хлорное железо. Для этого в раствор после титрования железа приливают точно отмеренный объем трилона Б в количестве от 15 до 40 см<sup>3</sup>, нагревают, нейтрализуют раствором аммиака до красного цвета бумаги конго, добавляют 10 см<sup>3</sup> буферного раствора с рН 4,8—5,0, охлаждают до комнатной температуры и титруют избыточный трилон Б раствором хлорного железа до появления желто-кирпичной окраски.

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

$$X_1 = \frac{(V_2 - KV_3) \cdot C_2 \cdot 100}{m},$$

где  $V_2$  — объем прилитого раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;  
 $K$  — соотношение растворов трилона Б и хлорного железа;  
 $V_3$  — объем раствора хлорного железа, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;  
 $C_2$  — массовая концентрация раствора трилона Б по окиси алюминия, г/см<sup>3</sup>;  
 $m$  — масса навески, г.

При анализе магнезиальных огнеупоров с добавкой глинозема используют исходный раствор 2, а далее ведут последовательное определение окиси железа и окиси алюминия без отделения полуторных окислов, как описано выше.

(Продолжение см. с. 123)

Раздел 3 дополнить пунктами—3.3.3, 3.3.4: «3.3.3. Определение окиси алюминия в магнезиально-шпинелидных и глиноземноизвестковых огнеупорных материалах и изделиях

Навеску материала массой 0,2—0,25 г помещают в платиновый тигель, смешивают с 5—6 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при температуре  $(1000 \pm 50)^\circ\text{C}$  в течение 15—30 мин. Остывший тигель со сплавом помещают в стакан, в который предварительно налито 60 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:3), нагретой до кипения, и растворяют при нагревании на электроплитке.

В полученный раствор прибавляют 15 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония и осаждают сумму полуторных окислов и кремниевую кислоту раствором аммиака или уротропина. Отфильтровывают осадок на плотный фильтр (красная лента), промывают его 7—8 раз горячим раствором азотно-кислого аммония. Осадок полуторных окислов помещают в платиновый тигель, озоляют и сплавляют со смесью для сплавления. Тигель со сплавом опускают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, в который предварительно налито 60 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:3), нагретой до кипения, и дальнейшее растворение проводят при нагревании на электроплитке.

Далее анализ проводят по п. 2.3, начиная с операции нейтрализации гидроокисью натрия.

**3.3.4. Определение окиси алюминия в хромосодержащих огнеупорных материалах и изделиях**

3.3.4.1. Анализ проводят методом разложения пробы в смеси кислот и последующем удалении хрома в виде хлористого хромилла. Для этого навеску материала массой 0,2—0,5 г растворяют в смеси 20 см<sup>3</sup> хлорной и 10 см<sup>3</sup> серной кислот при нагревании на электроплитке до полного разложения пробы.

При анализе необоженных огнеупорных материалов и изделий навеску пробы предварительно кипятят в 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, после чего разлагают смесью хлорной и серной кислот, как описано выше. Затем для удаления хрома в виде хлористого хромилла осторожно по каплям добавляют 5—6 капель соляной кислоты. После того, как раствор снова пожелтеет, операцию повторяют.

Отгонку хрома проводят, обрабатывая раствор соляной кислотой до практически полного удаления хрома. Полученный раствор охлаждают, разбавляют водой до объема примерно 60 см<sup>3</sup> и далее анализ ведут по п. 2.3, начиная с операции нейтрализации раствором гидроокиси натрия.

3.3.4.2. Возможно проведение анализа разложением пробы смесью для сплавления, растворением сплава в серно-кислой среде и отделением окисей железа и алюминия от окиси хрома осаждением раствором аммиака.

Для этого навеску пробы массой 0,2 г смешивают с 5—7 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при температуре  $1000—1050^\circ\text{C}$  до полного разложения пробы. Остывший тигель со сплавом помещают в стакан, в который предварительно налито 70 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:5), нагретой до  $70—80^\circ\text{C}$ . Растворение сплава заканчивают на электроплитке со слабым нагревом.

В остывшем прозрачном растворе осаждают сумму полуторных окислов раствором аммиака до слабого запаха. Осадок отфильтровывают на фильтр «красная лента» и промывают 7—8 раз горячим раствором азотно-кислого аммония. Фильтр с осадком опускают в стакан, в котором проводилось осаждение, приливают 10—15 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и нагревают на электроплитке со слабым нагревом в течение 1—2 мин. Затем фильтр разбивают стеклянной палочкой, и раствор разбавляют горячей водой до 60 мл. Полученный раствор нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до красного цвета бумаги конго и приливают в избыток 30 см<sup>3</sup>. Раствор с осадком кипятят 3—4 мин, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доводят водой до мрки и перемешивают. Далее анализ ведут по п. 2.3.

3.3.4.3. Допускается готовить анализируемый раствор сплавлением навески пробы с пиросульфатом калия. Для этого навеску материала массой 0,2 г сплавляют с 3—4 г пиросульфата калия в муфельной печи при температуре

(Продолжение см. с. 124)

( $800 \pm 20$ ) °С в течение 20—30 мин до полного разложения пробы. Охлажденный сплав растворяют в небольшом количестве горячей воды и переводят в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и растворяют на закрытой электроплитке до появления паров серной кислоты. После охлаждения к раствору приливают 150—200 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> раствора серебра азотно-кислого, 20 см<sup>3</sup> аммония надсерно-кислого; раствор хорошо перемешивают и кипятят до полного окисления хрома (оранжево-желтая окраска). К раствору добавляют 4—5 капель соляной кислоты (1:1), выдерживают на электроплитке 10 мин до разрушения окраски и коагуляции осадка хлористого серебра, охлаждают и нейтрализуют раствором аммиака до слабого запаха. Прокипятив раствор и дав осадку гидроокисей отстояться, фильтруют через фильтр «красная лента». стакан и осадок на фильтре промывают 8—10 раз горячим раствором азотно-кислого аммония. Фильтр помещают в стакан, в котором вели осадение, и растворяют при нагревании в 30—40 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1.20). Далее анализ ведут по п. 3.3.2».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси алюминия приведены в таблице».

Раздел 4. Наименование. Заменить слово и значение: «кремнеземистых» на «глиноземистых», 0,5 на 15.

Пункт 4.1. Второй абзац исключить.

Пункт 4.2. Третий, четвертый абзацы исключить.

Пункт 4.3. Первый абзац после слов «При проведении анализа» дополнить словами: «глиноземистых и»;

пятый—седьмой абзацы исключить.

Пункт 4.4.2 исключить.

Пункт 4.4.3 изложить в новой редакции: «4.4.3. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси алюминия приведены в таблице».

Пункт 5.2. Заменить слова и ссылку: «растворы 300 и 10 г/дм<sup>3</sup>» на «растворы с массовой долей 30 и 1 %»; «раствор 300 г/дм<sup>3</sup>» на «раствор с массовой долей 30 %»; «раствор 30 г/дм<sup>3</sup>» на «раствор с массовой долей 3 %»; «раствор 2 г/дм<sup>3</sup>» на «раствор с массовой долей 0,2 %»; ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 5.4.2 изложить в новой редакции: «5.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси алюминия приведены в таблице».

Разделы 6, 7. Наименование. Заменить слово: «магнезиальные» на «высокомагнезиальные».

Пункт 6.2. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункты 6.4.2, 7.4.2, 8.5, 9.5.2 изложить в новой редакции: «6.4.2 (7.4.2, 8.5, 9.5.2). Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси алюминия приведены в таблице».

(ИУС № 5 1992 г.)