



огнеупоры и огнеупорные изделия

ЧАСТЬ 3





ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ОГНЕУПОРЫ
И ОГНЕУПОРНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Часть 3

Издание официальное

Москва
ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
1988

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Огнеупоры и огнеупорные изделия» часть 3 содержит стандарты, утвержденные до 1 ноября 1987 г.

В стандарты внесены все изменения, принятые до указанного срока. Около номера стандарта, в который внесено изменение, стоит знак *.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в выпускаемом ежемесячно информационном указателе «Государственные стандарты СССР».

0 $\frac{31011}{085(02)-88}$ 88

ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕ**Методы определения содержания окиси алюминия**Baddeleyite—corundum refractories.
Methods for the determination of
aluminium oxide content**ГОСТ**
20300.6—74**Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров
СССР от 25.11 1974 г. № 2597 срок введения установлен****с 01.01.76****Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта
от 18.12.84 № 4610 срок действия продлен****до 01.01.91****Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорные бадделеито-корундовые изделия и устанавливает весовой и комплексометрический методы определения содержания окиси алюминия (при массовой доле окиси алюминия от 40 до 55%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20300.1—74.

**2. МЕТОД ОБЪЕМНОГО КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКОГО
ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ****2.1. Сущность метода**

Метод основан на трилонометрическом титровании избытка трилона Б раствором сернокислого цинка с индикатором ксиленоловым оранжевым при pH 5,2—5,8.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Цинк металлический гранулированный по НТД.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 10 и 25%-ный растворы.

Ксиленоловый оранжевый, 0,2%-ный водный раствор.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, х. ч.

Раствор буферный рН 5—5,8; готовят следующим образом: навеску массой 100 г уксуснокислого аммония растворяют в 300—400 см³ воды, для лучшего растворения раствор подогревают, при необходимости фильтруют, добавляют 10 см³ 80%-ного раствора уксусной кислоты и разбавляют водой до 1 дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, 80%-ный раствор.

Цинк серноокислый; раствор, готовят следующим образом: навеску цинка массой 1,6345 г помещают в стакан вместимостью 300—350 см³ и добавляют серную кислоту (из расчета 2,5 см³ на 2 г цинка) до растворения цинка. Избытка кислоты допускать не рекомендуется. Затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки водой. Если масса навески другая, то, исходя из взятой массы навески, вычисляют коэффициент (K) по формуле

$$K = \frac{m}{1,6345},$$

где m — навеска цинка, взятая для приготовления эталонного раствора, г.

Трилон Б, 0,05 н. раствор; готовят как указано в п. 2.2. ГОСТ 20300.3—74.

Для установки титра раствора трилона Б по серноокислому цинку отбирают в три колбы по 25 см³ раствора трилона Б, подкисляют несколькими каплями соляной кислоты, доводят объем до 75 см³ и нагревают до 50°С. Затем раствор нейтрализуют аммиаком до покраснения и титруют 0,05 н. раствором серноокислого цинка с индикатором ксиленоловым оранжевым до перехода окраски из желтой в неизменяющуюся красную.

Вычисляют средний коэффициент нормальности 0,05 н. раствора трилона Б по формуле

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

$$K_2 = \frac{v_1 \cdot K}{25};$$

$$K_3 = \frac{v_2 \cdot K}{25};$$

$$K_{\text{ср}} = \frac{K_1 + K_2 + K_3}{3},$$

где v , v_1 , v_2 — количество раствора серноокислого цинка, израсходованное на титрование, см³;

25 — количество раствора трилона Б, взятое для титрования, см³;

K — коэффициент нормальности 0,05 н. раствора серноокислого цинка.

2.3. Проведение анализа

В испытуемый раствор после оттитровывания циркония (см. разд. 2 ГОСТ 20300.3—74) добавляют 30 см³ 0,05 н. раствора трилона Б и нейтрализуют сначала 25%-ным, а под конец 10%-ным раствором аммиака до покраснения бумажки конго и перехода окраски индикатора из желтой в слабо-красную. Затем приливают 20 см³ буферного раствора с рН 5,2—5,8, 10 см³ 10%-ного раствора гидроксилamina и кипятят раствор 1—2 мин, после чего сразу же в горячем состоянии титруют 0,05 н. раствором сернокислого цинка. Титрование продолжают до тех пор, пока окраска изменится из желтой в красную и будет оставаться постоянной. Отмечают количество миллилитров 0,05 н. раствора сернокислого цинка, израсходованное на титрование избытка трилона Б.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(v_1 K_1 - v_2 K_2) \cdot 0,001275 \cdot 100 \cdot V}{V_3 \cdot m} - 0,6380 X_1,$$

где v_1 — количество раствора трилона Б, введенное в раствор после оттитровывания циркония, см³;

v_2 — количество 0,05 н. раствора сернокислого цинка, израсходованное на титрование избытка раствора трилона Б, см³;

V — общий объем раствора, см³;

V_3 — объем аликвотной части, см³;

K_1 — коэффициент нормальности 0,05 н. раствора трилона Б, установленный по сернокислому цинку;

K_2 — коэффициент нормальности 0,05 н. раствора сернокислого цинка;

0,001275 — количество окиси алюминия, соответствующее 1 см³ точно 0,05 н. раствора трилона Б, г;

0,6380 — коэффициент пересчета содержания двуокиси титана на содержание окиси алюминия, %;

X_1 — массовая доля двуокиси титана, определяемая, как указано в разд. 3 ГОСТ 20300.4—74;

m — масса пробы, г.

При вычислении процентного содержания окиси алюминия необходимо учесть поправку, получающуюся от наличия в огнеупорах небольших количеств двуокиси титана (меньше 1%), которую титруют в данном случае совместно с алюминием.

2.4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,20 абс. %.

2.4.3. Комплексонометрический объемный метод определения содержания окиси алюминия является арбитражным.

3. ВЕСОВОЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении суммы полуторных окислов: двуокисей циркония и титана, оксидов железа и алюминия.

Содержание оксидов алюминия вычисляют как разность между суммой полуторных окислов в процентах и содержанием двуокиси циркония, двуокиси титана и оксидов железа.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Аммиак по ГОСТ 3760—79, 25%-ный раствор.

Метиловый красный, 0,2%-ный спиртовой раствор.

Уротропин фармакопейный, 0,5 и 30%-ные растворы.

Аммоний азотнокислый, 2%-ный раствор, к которому добавляют аммиак до слабощелочной реакции по метиловому красному.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Тигель платиновый № 100—8 по ГОСТ 6563—75.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Определение суммы полуторных окислов

Отбирают пипеткой 50 см³ испытуемого раствора, полученного, как указано в разд. 2 ГОСТ 20300.3—74, переносят в стакан вместимостью 300 см³. Раствор доводят дистиллированной водой до 150—200 см³, нагревают до кипения и при быстром перемешивании стеклянной палочкой приливают к нему по каплям 25%-ный раствор аммиака до нейтрализации большей части кислоты. Допускается применение уротропина для осаждения полуторных окислов. Добавляют 2—3 капли 0,2%-ного спиртового раствора метилрота 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 с 1%-ным раствором азотнокислого серебра 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 см³ концентрированной соляной кислоты при нагревании. Внутренние стенки стакана и воронки обмывают указанными 2—3 см³ соляной кислоты и небольшим количеством дистиллированной воды.

Раствор доводят дистиллированной водой до 150—200 см³, нагревают и повторяют осаждение, как указано выше.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют при возможно низкой температуре и прокалывают при $(1200 \pm 50)^\circ\text{C}$ до постоянной массы.

Массовую долю полуторных окислов (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 окислов, г;

V — общий объем, см³;

V_1 — объем аликвотной части, см³;

m_1 — масса пробы, г.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_2 = X_1 - (X_3 + X_4 + X_5),$$

где X_3 — массовая доля двуокиси циркония, %, определяемая по ГОСТ 20300.3—74;

X_4 — массовая доля двуокиси титана, %, определяемая по ГОСТ 20300.4—74;

X_5 — массовая доля окиси железа, %, определяемая по ГОСТ 20300.5—74;

X_1 — массовая доля полуторных окислов, %.

3.4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,5 абс. %.

СО Д Е Р Ж А Н И Е

ГОСТ 2211—65	Изделия, сырье и материалы огнеупорные. Методы определения плотности	3
ГОСТ 2409—80	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения водопоглощения, кажущейся плотности, открытой и общей пористости	9
ГОСТ 2642.0—86	Материалы и изделия огнеупорные. Общие требования к методам анализа	15
ГОСТ 2642.1—86	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения гигроскопической влаги	19
ГОСТ 2642.2—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения потери массы при прокаливании	21
ГОСТ 2642.3—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения двуокси кремния	25
ГОСТ 2642.4—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси алюминия	48
ГОСТ 2642.5—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси железа	73
ГОСТ 2642.6—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения двуокси титана	91
ГОСТ 2642.7—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси кальция	99
ГОСТ 2642.8—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси магния	115
ГОСТ 2642.9—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси хрома	128
ГОСТ 2642.10—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения пятиокси фосфора	137
ГОСТ 2642.11—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окисей калия и натрия	141
ГОСТ 2642.12—86	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения закиси марганца	147
ГОСТ 2642.13—86	Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси бора	150
ГОСТ 2642.14—86	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения двуокси циркония	154
ГОСТ 4069—69	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения огнеупорности	155
ГОСТ 4070—83	Огнеупоры. Метод определения температуры деформации под нагрузкой	161
ГОСТ 4071—80	Изделия огнеупорные. Метод определения предела прочности при сжатии	166
ГОСТ 5402—81	Изделия огнеупорные. Методы определения дополнительной линейной усадки или роста	170
ГОСТ 7875—83	Изделия огнеупорные. Метод определения термической стойкости	176
ГОСТ 8179—85	Изделия огнеупорные. Правила приемки	181
ГОСТ 11573—65	Изделия огнеупорные. Метод определения коэффициента газопроницаемости	185
ГОСТ 12170—85	Огнеупоры. Стационарный метод измерения теплопроводности	191
ГОСТ 13997.0—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Общие требования к методам анализа	199
ГОСТ 13997.1—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения гигроскопической влаги	202

ГОСТ 13997.2—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения потери массы при прокаливании	203
ГОСТ 13997.3—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения двуокиси кремния	204
ГОСТ 13997.4—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения двуокиси циркония	213
ГОСТ 13997.5—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения окиси железа	228
ГОСТ 13997.6—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения двуокиси титана	238
ГОСТ 13997.7—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения окиси алюминия	245
ГОСТ 13997.8—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения окиси кальция	256
ГОСТ 13997.9—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения окиси магния	266
ГОСТ 13997.10—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Метод определения окиси иттрия	275
ГОСТ 13997.11—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения окисей натрия и калия	279
ГОСТ 13997.12—84	Материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие. Методы определения пентоксида фосфора	285
ГОСТ 15136—78	Изделия огнеупорные. Метод измерения глубины отбитости углов и ребер	289
ГОСТ 18847—84	Огнеупоры неформованные сыпучие. Методы определения водопоглощения, кажущейся плотности и открытой пористости зернистых материалов	296
ГОСТ 20300.1—74	Изделия огнеупорные бадделейто-корундовые. Общие требования к методам анализа	304
ГОСТ 20300.2—74	Изделия огнеупорные бадделейто-корундовые. Методы определения содержания двуокиси кремния	306
ГОСТ 20300.3—74	Изделия огнеупорные бадделейто-корундовые. Методы определения содержания двуокиси циркония	309
ГОСТ 20300.4—74	Изделия огнеупорные бадделейто-корундовые. Метод определения содержания двуокиси титана	314
ГОСТ 20300.5—74	Изделия огнеупорные бадделейто-корундовые. Метод определения содержания окиси железа	317
ГОСТ 20300.6—74	Изделия огнеупорные бадделейто-корундовые. Методы определения содержания окиси алюминия	320
ГОСТ 20300.7—74	Изделия огнеупорные бадделейто-корундовые. Метод определения содержания окислов кальция и магния	325
ГОСТ 20300.8—74	Изделия огнеупорные бадделейто-корундовые. Метод определения содержания окиси натрия	330
ГОСТ 24468—80	Изделия огнеупорные. Метод определения кажущейся плотности и общей пористости теплоизоляционных изделий	332
ГОСТ 24523.0—80	Периклаз электротехнический. Общие требования к методам химического анализа	336
ГОСТ 24523.1—80	Периклаз электротехнический. Метод определения двуокиси кремния	339
ГОСТ 24523.2—80	Периклаз электротехнический. Метод определения окиси алюминия	343
ГОСТ 24523.3—80	Периклаз электротехнический. Методы определения окиси железа	347

ГОСТ 24523.4—80	Периклаз электротехнический. Метод определения окиси кальция	353
ГОСТ 24523.5—80	Периклаз электротехнический. Метод определения окиси магния	359
ГОСТ 24523.6—80	Периклаз электротехнический. Метод определения изменения массы при прокаливании	363
ГОСТ 24717—81	Материалы и изделия огнеупорные. Маркировка, упаковка, транспортирование и хранение	365
ГОСТ 24830—81	Изделия огнеупорные бетонные. Ультразвуковой метод контроля качества	369
ГОСТ 25040—81	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения ползучести при сжатии	375
ГОСТ 25085—81	Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения прочности при изгибе при повышенных температурах	382
ГОСТ 25714—83	Контроль неразрушающий. Акустический звуковой метод определения открытой пористости, кажущейся плотности, плотности и предела прочности при сжатии огнеупорных изделий	386
ГОСТ 26564.0—85	Материалы и изделия огнеупорные карбидкремниевые. Общие требования к методам анализа	393
ГОСТ 26564.1—85	Материалы и изделия огнеупорные карбидкремниевые. Метод определения карбида кремния	396
ГОСТ 26564.2—85	Материалы и изделия огнеупорные карбидкремниевые. Методы определения свободного углерода	398
ГОСТ 26564.3—85	Материалы и изделия огнеупорные карбидкремниевые. Методы определения двуокиси кремния	402
ГОСТ 26564.4—85	Материалы и изделия огнеупорные карбидкремниевые. Метод определения свободного кремния	407
ГОСТ 26565—85	Огнеупоры неформованные. Методы отбора и подготовки проб	410

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Часть 3

Редактор *И. В. Виноградская*

Технический редактор *О. Н. Никитина*

Корректор *Е. И. Евтеева*

Сдано в наб. 08.05.87. Подп. к печ. 11.02.88. Формат 60×90¹/₁₆. Бумага книжно-журнальная. Гарнитура литературная. Печать высокая. 26,5 усл. п. л. 26,63 усл. кр.-отт. 25,50 уч.-изд. л. Тир. 20000. Зак. 2583. Цена 1 р. 50 к. Изд. № 9441/2.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов,
123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3

Великолукская городская типография управления издательств,
полиграфии и книжной торговли Псковского облисполкома,
182100, г. Великие Луки, ул. Полиграфистов, 78/12