

ГОСТ 3594.13—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

**ГЛИНЫ ФОРМОВОЧНЫЕ ОГНЕУПОРНЫЕ**  
**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ**

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ,  
МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

Минск

## Предисловие

### 1 РАЗРАБОТАН Российской Федерацией

**ВНЕСЕН** Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

### 2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г. За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Казахстан	Казглавстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменгосстандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

### 3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Издательство стандартов, 1994

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Технического секретариата Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

**ГЛИНЫ ФОРМОВОЧНЫЕ ОГНЕУПОРНЫЕ**

Метод определения оксида алюминия

Moulding refractory clays

Method for determination of aluminium oxide

Дата введения 1995—01—01

**1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий стандарт распространяется на комовые и порошкообразные огнеупорные глины каолинитового и каолинитогидро-слюдистого состава (далее — глины), применяемые в литейном производстве в качестве минеральных связующих в составах формовочных и стержневых смесей, и устанавливает комплексометрический метод определения массовой доли оксида алюминия.

Метод основан на разложении алюмосиликатных и глиноземистых формовочных огнеупорных глин сплавлением со смесью, состоящей из углекислого натрия, тетраборнокислого натрия и последующем переведением алюминия в алюминат и комплексометрическом титровании его в среде ацетатного буферного раствора при рН 4,8—5,0 с использованием раствора сернокислой меди в качестве второго титранта и индикатора ПАН.

**2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Серебро азотнокислое. Технические условия

- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия  
 ГОСТ 3759—75 Алюминий хлористый 6-водный. Технические условия
- ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия  
 ГОСТ 3772—74 Аммоний фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия
- ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия
- ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия  
 ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия  
 ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов. Технические условия
- ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин —*N, N, N', N'*-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б)  
 ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки  
 ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
- ГОСТ 22867—77 Аммоний азотнокислый. Технические условия  
 ГОСТ 3594.0—93 Глины формовочные огнеупорные. Общие требования к методам испытаний

### 3 АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

- 3.1 Печи муфельные с терморегулятором, обеспечивающие температуру нагрева до 950—1000 и 1000—1100 °С.
- 3.2 Тигли платиновые № 100—7 по ГОСТ 6563.
- 3.3 Натрий углекислый по ГОСТ 83.
- 3.4 Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре при  $(400 \pm 20)$  °С.
- 3.5 Смесь для сплавления, состоящая из углекислого натрия и безводного тетраборнокислого натрия в соотношении 2:1.
- 3.6 Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:3.
- 3.7 Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.
- 3.8 Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, х. ч., раствор 300 г/дм<sup>3</sup>, хранят в полиэтиленовом сосуде.
- 3.9 Соль динатриевая этилендиамин — *N, N, N', N'*-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации 0,025 моль/дм<sup>3</sup>.
- 3.10 Медь (II) сернокислая 5-водная (сульфат меди) по ГОСТ 4165, раствор 0,05 моль/дм<sup>3</sup>: 12,5 г сульфата меди растворяют в

воде, приливают 2 см<sup>3</sup> серной кислоты, доводят водой до 1000 см<sup>3</sup>, перемешивают.

3.11 Медь (II) сернокислая 5-водная (сульфат меди) по ГОСТ 4165, раствор 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 6,25 сульфата меди растворяют в воде, приливают 2 см<sup>3</sup> серной кислоты, доводят водой до 1000 см<sup>3</sup>, перемешивают.

3.12 Кислота серная по ГОСТ 4204.

3.13 Индикатор 1,2-(пиридал-азо)-2 нафтол (ПАН), спиртовой раствор 2 г/дм<sup>3</sup>.

3.14 Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

3.15 Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор 2 моль/дм<sup>3</sup>.

3.16 Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199.

3.17 Раствор ацетатный буферный с рН 4,8—5,0: 1 дм<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup> смешивают с 1 дм<sup>3</sup> раствора, содержащего 540 г уксуснокислого натрия 3-водного.

3.18 Индикаторная бумага конго.

3.19 Алюминий марки А 9995 по ГОСТ 11069, стружка.

3.20 Стандартный раствор оксида алюминия: точную навеску массой 0,65—0,66 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 до метки водой и перемешивают (для приготовления этого стандартного раствора могут быть использованы также соли алюминия квалификации ос.ч. или х.ч.).

3.21 Концентрацию стандартного раствора оксида алюминия  $C$  в г/см<sup>3</sup> оксида алюминия вычисляют по формуле

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

где  $m$  — масса навески металлического алюминия, г;  
1,8895 — коэффициент пересчета алюминия на оксид алюминия.

3.22 Алюминий хлористый 6-водный по ГОСТ 3759, х.ч. или ос.ч. марки 12—2.

3.23 Аммоний хлористый по ГОСТ 3772.

3.24 Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>, к которому добавляют несколько капель аммиака до изменения цвета по индикатору метиловому красному.

3.25 Индикатор метиловый красный, спиртовой раствор 1 г/дм<sup>3</sup>.

3.26 Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

3.27 Стандартный раствор оксида алюминия: навеску хлористого алюминия массой 5,7—6,0 г растворяют в 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:3) в стакане вместимостью 200 см<sup>3</sup>. Раствор пе-

реводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой, перемешивают.

Стандартный раствор оксида алюминия 0,0012 г/см<sup>3</sup>.

Точную массовую концентрацию раствора оксида алюминия устанавливают гравиметрическим методом. Для этого в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> отбирают 50 см<sup>3</sup> стандартного раствора, добавляют воды 20—25 см<sup>3</sup>, 2 г хлористого аммония, нагревают до кипения и осаждают раствором аммиака гидроксид алюминия, 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 горячим раствором азотнокислого аммония до отрицательной реакции на ион хлора (реакция в 3 см<sup>3</sup> фильтрата с 2—3 каплями раствора азотнокислого серебра).

Фильтр с осадком помещают во взвешенный платиновый тигель, подсушивают, озоляют и прокаливают до постоянной массы в муфельной печи при температуре (1100±50) °С.

Концентрацию стандартного раствора ( $C_1$ ) в г/см<sup>3</sup> оксида алюминия вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{m}{50} , \quad (2)$$

где  $m$  — масса осадка оксида алюминия, г;

50 — объем стандартного раствора оксида алюминия, см<sup>3</sup>, взятый для анализа.

3.28 Устанавливают соотношение растворов трилона Б и сернокислой меди ( $K$ ): 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, нагревают до кипения, приливают 15—20 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора, 5—7 капель индикатора ПАН и титруют раствором сернокислой меди до перехода окраски из желто-зеленой в сине-фиолетовую. Для оценки соотношения растворов проводят не менее трех титрований и берут среднее арифметическое значение результатов.

Соотношение растворов трилона Б и сернокислой меди  $K$  вычисляют по формуле

$$K = \frac{V}{V_1} , \quad (3)$$

где  $V$  — объем раствора трилона Б, взятый для установки соотношения, см<sup>3</sup>;

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

3.29 Установка концентрации раствора трилона Б по оксиду алюминия.

В коническую колбу вместимостью 300 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора оксида алюминия, приливают 2—3 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 70—100 см<sup>3</sup> воды и 25 см<sup>3</sup> раствора трилона Б. Содержимое колбы нагревают до кипения, остывший до температуры 70—80 °С раствор нейтрализуют раствором аммиака до переходного цвета индикаторной бумаги конго, приливают 15—20 см<sup>3</sup> буферного раствора с рН 4,8—5,0 5—7 капель раствора индикатора ПАН и оттитровывают избыток раствора трилона Б раствором сернокислой меди до перехода окраски раствора из желто-зеленой в сине-фиолетовую. Проводят три параллельных титрования.

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

$$C_2 = \frac{10 \cdot C}{V - K \cdot V_1}, \quad (4)$$

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

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

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

$K$  — соотношение растворов трилона Б и сернокислой меди;

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

#### 4 ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

4.1 Общие требования к методу испытания — по ГОСТ 3594.0

#### 5 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

5.1 Навеску пробы массой 0,1—0,25 г смешивают в платиновом тигле с 3—5 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при температуре (1000±50) °С в течение 10—30 мин. Тигель со сплавом помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:3), накрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения сплава.

Обмывают тигель небольшим количеством воды. Раствор выпаривают до объема 40—50 см<sup>3</sup>, охлаждают до температуры 40—50 °С, вводят нагретый до температуры 70—80 °С раствор гидроксида натрия до красного цвета бумаги конго и приливают в избыток 30 см<sup>3</sup>, нагретого до температуры 70—80 °С.

Раствор с осадком накрывают часовым стеклом, кипятят 3—5 мин, быстро охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 200—250 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют через сухой складчатый фильтр, отбрасывая две первые порции фильтрата.

Аликвоту раствора 100 см<sup>3</sup> переносят в коническую колбу вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>; нейтрализуют соляной кислотой до синего цвета бумаги конго и вводят 2—3 см<sup>3</sup> в избыток, раствор кипятят 2—3 мин.

Приливают 15—50 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, нагревают до кипения, дают остыть до температуры 70—80 °С, нейтрализуют раствором аммиака до переходного цвета бумаги конго, приливают 15—20 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора, 5—7 капель раствора индикатора ПАН и титруют избыточное количество трилона Б раствором сернокислой меди до перехода желто-зеленой окраски в сине-фиолетовую.

При использовании навески массой 0,1 г, а также для анализа материалов с массовой долей оксида алюминия до 35 % применяют раствор сернокислой меди 0,025 моль/дм<sup>3</sup>.

5.2 Для подготовки исходного раствора глины допускается использование серебряных тиглей и обезвоженного гидроксида натрия в качестве плавня.

## 6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 Массовую долю оксида алюминия  $X$  в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot 250 \cdot C_2 \cdot 100}{m \cdot V_2}, \quad (5)$$

где  $V$  — 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 растворов трилона Б и сернокислой меди;

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

$C_2$  — концентрация раствора трилона Б, г/см<sup>3</sup> оксида алюминия;

$m$  — масса навески, г;

$V_2$  — объем аликвоты раствора, взятый для титрования, см<sup>3</sup>.

Результаты анализа рассчитывают до третьего и округляют до второго десятичного знака.



## 7 ТОЧНОСТЬ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

7.1 Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 10,0 до 25,0 включ.	0,30
Св. 25,0 до 50,0 >	0,40

УДК 666.32.001.4.006.354 А59

ОКСТУ 4191

Ключевые слова: глины формовочные огнеупорные, определение оксида алюминия

---