

---

**Изменение № 1 ГОСТ 2642.4—81 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси алюминия**

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.04.85 № 1209 срок введения установлен**

**с 01.01.86**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

На обложке и первой странице под обозначением стандарта указать обозначение: (СТ СЭВ 4548—84).

Вводная часть. Первый абзац после слов «магнезиально-силикатных» дополнить словами: «и карбидкремниевых»;

второй абзац дополнить словами: «и СТ СЭВ 4548—84».

Стандарт дополнить разделами: — 8, 9: «8. Комплексометрический метод определения окиси алюминия в огнеупорных материалах и изделиях высокоглиноземистых, с массовой долей  $Al_2O_3$  до 95 %, кремнеземистых, с массовой долей двуокиси кремния 80 % и более и содержащих карбид кремния (при массовой доле окиси алюминия свыше 1 %)

8.1. Содержание окиси алюминия определяют по ГОСТ 13997.7—84, разд. 4, используя навеску массой 0,5 г.

8.2. Для определения массовой доли окиси алюминия в алюмосиликатных и кремнеземистых материалах и изделиях используют аликвотную часть исходного раствора (фильтрата) после удаления двуокиси кремния по ГОСТ 2642.3—81, разд. 8, 10.

8.3. Для определения массовой доли окиси алюминия в огнеупорных материалах и изделиях, содержащих карбид кремния, используют аликвотную часть исходного раствора (фильтрата) после удаления кремния по ГОСТ 10153—70.

8.4. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать величин, приведенных в табл. 7.

*(Продолжение см. с. 162)*

(Продолжение изменения к ГОСТ 2642.4—81)

Т а б л и ц а 7

Массовая доля окиси алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1,0 до 2,0 включ.	0,09
Св. 2,0 » 5,0 »	0,13
» 5,0 » 10,0 »	0,17
» 10,0 » 15,0 »	0,20
» 15,0 » 35,0 »	0,30
» 35,0 » 60,0 »	0,40
» 60,0	0,50

9. Фотометрический метод определения окиси алюминия при массовой доле до 1,5 % в материалах и изделиях кремнеземистых с массовой долей двуокиси кремния 80 % и более

9.1. Сущность метода

Метод основан на образовании в слабокислой среде окрашенного в красный цвет комплекса алюминия с хромазуолом S и на измерении оптической плотности раствора при длине волны 544 нм.

Настоящий метод не распространяется на огнеупорные материалы и изделия, содержащие бескислородные соединения кремния, например, карбид кремния.

9.2. Аппаратура

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями. рН-метр.

9.3. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленный раствор 1:1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, разбавленные растворы 1:1 и 1:50.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей равной 0,5 %.

(Продолжение см. с. 163)

Кислота тиогликолевая, свежеприготовленный разбавленный раствор 1:100.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленные растворы 1:1, 1:50.

Хромазуrol S, свежеприготовленный раствор с массовой долей 0,05 %.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, трехводный.

Буферный раствор pH 5,5: 270 г уксуснокислого натрия растворяют в 640 см<sup>3</sup> воды, добавляют около 20 см<sup>3</sup> уксуснокислой кислоты, pH раствора контролируют pH-метром.

Алюминий металлический.

Калий-алюминий сернокислый.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 1,0584 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. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 2000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г окиси алюминия.

Раствор Б: 50 см<sup>3</sup> раствора А отмеряют пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, доливают до метки и перемешивают, или 0,9305 г сернокислого калия-алюминия растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,05 мг окиси алюминия.

Раствор В: 20 см<sup>3</sup> раствора Б отмеряют пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 0,001 мг окиси алюминия.

Раствор В готовят непосредственно перед применением.

#### 9.4. Проведение анализа

9.4.1. Из исходного раствора после выделения двуокиси кремния по ГОСТ 2642.3—81, разд. 8, 9, в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> отмеряют пипеткой аликвотную часть, содержащую от 0,02 до 0,1 мг окиси алюминия, раствор разбавляют водой до объема около 150 см<sup>3</sup>, добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и 10 см<sup>3</sup> раствора тиогликолевой кислоты. pH раствора устанавливают раствором аммиака 1:1 или раствором уксусной кислоты 1:1 до значения около pH 5. Конечную доводку pH выполняют раствором аммиака 1:50 или раствором уксусной кислоты 1:50 до значения pH (5,5±0,2). К полученному раствору добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора хромазуrola S и 10 см<sup>3</sup> буферного раствора, pH раствора, измеренное pH-метром, не должно превышать 5,5. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор оставляют на 15 мин и в течение

(Продолжение см. с. 164)

следующих 15 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 544 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Содержание окиси алюминия находят по градуировочному графику.

9.4.2. Для построения градуировочного графика в восемь из девяти стаканов вместимостью по 250 см<sup>3</sup> отмеряют пипеткой 5; 10; 20; 30; 40; 60; 80 и 100 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, что соответствует 0,000005; 0,000010; 0,000020; 0,000030; 0,000040; 0,000060; 0,000080 и 0,000100 г окиси алюминия, доливают водой до объема около 150 см<sup>3</sup> и далее анализ ведут, как указано в п. 9.4.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартный раствор окиси алюминия.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им концентрациям окиси алюминия строят градуировочный график.

#### 9.5. Обработка результатов

9.5.1. Массовую долю окиси алюминия  $X_7$  в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \cdot 100,$$

где  $m_1$  — масса окиси алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

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

$V_1$  — объем аликвотной части исходного раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы, г.

9.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 8.

Т а б л и ц а 8

Массовая доля окиси алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 0,5 включ.	0,03
Св. 0,5 » 1,0 »	0,06
» 1,0 » 1,5 »	0,09

(ИУС № 7 1985 г.)