

**ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ
БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕ**

Методы определения диоксида циркония

**ГОСТ
20300.3—90**

Baddeleyite-corundum refractories.
Methods for determination of zirconium dioxide

МКС 81.080
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт устанавливает комплексометрический и гравиметрический методы определения диоксида циркония (при массовой доле диоксида циркония не менее 32 %) в огнеупорных бадделеито-корундовых изделиях.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20300.1.

**2. МЕТОД КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ**

2.1. Сущность метода

Метод основан на титровании трилоном Б иона циркония с индикатором ксиленоловым оранжевым.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Тигель платиновый № 100—8 по ГОСТ 6563.

Калий пиросульфидный по ГОСТ 7172, х.ч. или ч.д.а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, растворы с массовой долей 10 и 25 %.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 2 %, к которому добавляют аммиак до слабощелочной реакции по метилроту.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Бумага конго красная.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 10 %.

Метилловый красный (метилрот) по ТУ 6—09—5169, спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Индикатор ксиленоловый оранжевый, водный раствор с массовой долей 0,2 %.

Цирконий азотнокислый, стандартный раствор; готовят следующим образом: 0,2 г х.ч. азотнокислого циркония растворяют в 100—150 см³ дистиллированной воды, фильтруют раствор через фильтр «белая лента», добавляют 90 см³ концентрированной соляной кислоты, разбавляют водой до объема 1 дм³ и тщательно перемешивают.

Точную концентрацию раствора устанавливают гравиметрическим способом. Для этого отбирают бюреткой в три стакана вместимостью по 350—400 см³ соответственно 15, 20, 25 см³ раствора. Добавляют в каждый стакан 3 см³ концентрированной соляной кислоты и разбавляют водой до 100 см³, нагревают растворы до кипения, прибавляют по 2—4 капли спиртового раствора метилрота и подщелачивают раствором аммиака с массовой долей 10 % до появления желтого цвета. Затем кипятят 1—2 мин при энергичном перемешивании стеклянной палочкой и ставят стакан на теплую баню на 15—20 мин для коагуляции осадка гидроокисей. Отфильтровывают осадки гидроокисей циркония на фильтр «белая лента» и промывают горячим раствором азотнокислого аммония до

С. 2 ГОСТ 20300.3—90

исчезновения в промывных водах иона хлора (реакция раствора азотнокислого серебра с массовой долей 1 % на подкисленную азотной кислотой промывную воду). Затем фильтры с осадками помещают в предварительно прокаленные и взвешенные платиновые тигли, осторожно озоляют и прокаливают при температуре 1100—1200 °С до постоянной массы.

Концентрацию раствора азотнокислого циркония (C) в г/см³ в пересчете на диоксид циркония вычисляют как среднее арифметическое результатов трех определений по формуле

$$C = \frac{m_1 + m_2 + m_3}{15 + 20 + 25} = \frac{\Sigma m}{60},$$

где m_1, m_2, m_3 — масса диоксида циркония в первом, втором и третьем тиглях, г;
15, 20, 25 — объемы раствора азотнокислого циркония соответственно в первом, втором и третьем стаканах, см³;

Σm — общая масса диоксида циркония, полученная из 60 см³ раствора азотнокислого циркония, г.

Допускается также приготовление стандартного раствора диоксида циркония из стандартных образцов цирконийсодержащих огнеупоров или диоксида циркония ос. ч.

Трилон Б, 0,025 М раствор готовят следующим образом: взвешивают 9,31 г сухого трилона Б и растворяют в 150—200 см³ дистиллированной воды при слабом нагревании. Раствор фильтруют через фильтр «белая лента», разбавляют водой до 1 дм³ и тщательно перемешивают.

Для установки коэффициента молярности раствора трилона Б по диоксиду циркония в три конические колбы вместимостью по 250 см³ отбирают по 25 см³ раствора азотнокислого циркония и нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25 % (до покраснения бумаги «конго красная»). Затем в раствор добавляют 3 см³ концентрированной серной кислоты, доводят до 100 см³ и кипятят на электрической плитке 1—2 мин, после чего добавляют 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, 10 капель индикаторного раствора ксиленолового оранжевого и титруют до перехода окраски из красного цвета в желтый. Отмечают количество кубических сантиметров трилона Б, потраченное на титрование, и рассчитывают коэффициент молярности трилона Б (K) по формуле

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

где 25 — количество раствора азотнокислого циркония, взятое для титрования соответственно в первый, второй и третий стаканы, см³;

K_1 — коэффициент молярности азотнокислого циркония;

V — объем раствора трилона Б, использованный на титрование, см³.

2.3. Проведение анализа

Отбирают пипеткой 50 см³ раствора, полученного, как указано в ГОСТ 20300.2, п. 2.3 или 3.4, и помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³. В раствор опускают бумагу конго и по каплям приливают 25 %-ный раствор аммиака до покраснения бумаги и появления мути. Затем сразу приливают 3 см³ концентрированной серной кислоты до полного растворения гидроксида и разбавляют раствор водой до объема 100 см³.

Нагревают раствор до кипения, прибавляют 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина (для маскирования железа), 10 капель индикаторного раствора ксиленолового оранжевого и титруют 0,025 М раствором трилона Б до перехода окраски раствора из красной в желтую. Отмечают количество кубических сантиметров 0,025 М раствора трилона Б, израсходованное на титрование циркония. Раствор после титрования циркония оставляют для определения алюминия.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю диоксида циркония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{K \cdot V \cdot 0,00308 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

где K — коэффициент молярности 0,025 М раствора трилона Б, установленный по соли циркония;

V — объем 0,025 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

0,00308 — масса диоксида циркония, соответствующая 1 см³ точно 0,025 М раствора трилона Б, г;

V_1 — общий объем раствора, см³;

m — масса пробы, г;

V_2 — объем аликвотной части, см³.