УДК 669.15'295-196:543.06:006.354 Группа В18

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОТИТАН

Метод определения алюминия

Ferrotitanium.
Method for determination of aluminium

ГОСТ
14250.6—90

(СТ СЭВ 1237—89)

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический метод определения алюминия в ферротитане при массовой доле его от 3 до 40%.

Метод основан на образовании комплексного соединения алюминия с натриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) с последующим разрушением этого соединения фтористым натрием. Эквивалентное количество выделившегося трилона Б титруют раствором уксуснокислого цинка в присутствии индикатора ксилонолового оранжевого или раствором сернокислой меди в присутствии индикатора ПАН. От мешающих элементов алюминий отделяют гидроксидом натрия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 26201.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы 1 : 4 и 1 : 19.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1 : 1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 250 г/дм³. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор.

Индикаторная смесь: 0,1 г ксиленолового оранжевого растирают в ступке с 10 г хлористого натрия.

1-(2-пиридилазо)-2-нафтол (ПАН) — индикатор, спиртовой раствор 2 г/дм³.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962 или по ГОСТ 18300.

Фенолфталеин — индикатор, спиртовой раствор 1 г/дм³.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, раствор 35 г/дм³, хранят в полиэтиленовой посуде.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Буферный раствор pH 5,5—5,8 : 500 г ацетата аммония растворяют в 1 дм³ воды, добавляют 30 см³ уксусной кислоты и перемешивают. (Контроль по pH-метру).

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор 1 : 1.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 20 г/дм³.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,025 моль/дм³; 9,3 г реактива растворяют в 300 см³ воды в присутствии нескольких капель аммиака, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³, фильтр промывают 2—3 раза водой и отбрасывают. Раствор доливают водой до метки и перемешивают.

Железо металлическое.

Титан металлический.

Алюминий металлический.

Стандартный раствор алюминия: 1,0000 г алюминия растворяют при нагревании в 50 см³ раствора соляной кислоты, добавляют 4—5 капель азотной кислоты и кипятят до удаления оксидов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе равна 0,001 г/см³.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, раствор 0,025 моль/дм³: 5,5 г уксуснокислого цинка растворяют в 300 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, добавляют 25 см³ буферного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор 0,025 моль/дм³: 6,2 г сернокислой меди растворяют в 300 см³ воды, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовую концентрацию растворов уксуснокислого цинка или сернокислой меди устанавливают по стандартному раствору алюминия, проведенному через все стадии анализа. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают навески железа и титана в зависимости от их содержания в пробе, приливают от

20,0 до 50,0 см³ стандартного раствора алюминия, 40 см³ раствора серной кислоты 1 : 4 и далее проводят анализ, как указано в разд. 3.

Массовую концентрацию раствора уксуснокислого цинка или сернокислой меди (c), выраженную в г/см³ алюминия, вычисляют по формуле

$$c = \frac{m}{V - V_1}, \qquad (1)$$

где m — масса алюминия, соответствующая аликвотной части стандартного раствора, г;

V — объем раствора уксуснокислого цинка или сернокислой меди, израсходованной при втором титровании стандартного раствора, см³;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка или сернокислой меди, израсходованный при втором титровании раствора контрольного опыта, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Массу навески пробы, в зависимости от массовой доли алюминия, выбирают по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Масса навески пробы, г	Аликвотная часть раствора, см³
От 3 до 4 включ.	0,5	100
Св. 4 » 8 »	0,25	100
» 8 » 16 »	0,25	50
» 16 » 25 »	0,25	25
» 25 » 40 »	0,2	25

3.2. Навеску пробы помещают в платиновую или стеклоуглеродистую чашку, приливают 40 см³ раствора серной кислоты (1 : 4), 5 см³ раствора фтористоводородной кислоты, перемешивают и по каплям добавляют 5 см³ азотной кислоты. Выпаривают содержимое чашки до выделения густых паров серной кислоты. Охлаждают, обмывают стенки чашки водой и вновь выпаривают раствор до выделения густых паров серной кислоты.

После этого содержимое чашки охлаждают, приливают 30—40 см³ воды и нагревают до полного растворения солей. Раствор переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³.

3.3. При наличии нерастворимого остатка его отфильтровывают на плотный фильтр, промывают несколько раз горячей водой. Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают,

озоляют и прокаливают при температуре (650±50)°С. Затем остаток сплавляют с 2 г пиросернокислого калия при температуре (750±50)°С. Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ раствора серной кислоты (1 : 19) и выщелачивают при нагревании. Полученный раствор присоединяют к основному раствору.

3.4. Раствор, полученный по пп. 3.2 и 3.3 (объемом не более 100—120 см³), нагревают до 70—80°С, переливают тонкой струей при перемешивании в коническую колбу вместимостью 250 см³, куда предварительно налито 60 см³ горячего раствора гидроокиси натрия. Раствор с осадком кипятят 3—5 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до метки, перемешивают и фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу. Первые порции фильтрата отбрасывают.

3.5. В зависимости от способа титрования раствора проводят определение содержания алюминия следующим образом.

3.5.1. При титровании избытка трилона Б раствором уксуснокислого цинка аликвотную часть анализируемого раствора, отобранную в соответствии с табл. 1, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 25,0 см³ раствора трилона Б и нейтрализуют раствором соляной кислоты в присутствии 2—3 капель раствора фенолфталеина, добавляют 20 см³ буферного раствора, воду до объема 200 см³ и кипятят 2—3 мин.

Раствор охлаждают и избыток трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка в присутствии 0,1 г индикаторной смеси до перехода желтой окраски раствора в малиново-красную. Затем прибавляют 40 см³ раствора фтористого натрия, 10 см³ раствора винной кислоты, кипятят раствор 2—3 мин, охлаждают и титруют выделившийся трилон Б раствором уксуснокислого цинка в присутствии 0,05 г дополнительно добавленной индикаторной смеси до перехода желтой окраски в малиново-красную.

3.5.2. При титровании избытка трилона Б раствором сернокислой меди аликвотную часть анализируемого раствора, отобранную в соответствии с табл. 1, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 25,0 см³ раствора трилона Б и нейтрализуют раствором соляной кислоты в присутствии 2—3 капель раствора фенолфталеина до исчезновения малиновой окраски. Добавляют 20 см³ буферного раствора, приливают воды до объема 200 см³ и кипятят 2—3 мин. К горячему раствору осторожно прибавляют 1,0 см³ раствора ПАН и избыток трилона Б сразу оттитровывают раствором сернокислой меди до перехода желтой окраски раствора в устойчивую фиолетово-красную. Затем приливают 40 см³ раствора фтористого натрия, 10 см³ раствора винной кислоты и кипятят 2—3 мин. Горячий раствор титруют раствором сернокислой меди до перехода окраски в фиолетово-красную.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{c(V_2 - V_3)}{m_1} \cdot 100, \qquad (2)$$

где c — массовая концентрация раствора уксуснокислого цинка или сернокислой меди, выраженная в г/см³ алюминия;

V_2 — объем раствора уксуснокислого цинка или сернокислой меди, израсходованный при втором титровании раствора пробы, см³;

V_3 — объем раствора уксуснокислого цинка или сернокислой меди, израсходованный при втором титровании раствора контрольного опыта, см³;

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора пробы, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли алюминия приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 3 до 5 включ.	0,11	0,14	0,12	0,14	0,1
Св. 5 » 10 »	0,16	0,20	0,17	0,20	0,1
» 10 » 20 »	0,2	0,3	0,2	0,3	0,2
» 20 » 40 »	0,3	0,4	0,3	0,4	0,2

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, С. И. Ахманаев, Г. И. Гусева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3752

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1237—89**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 14250.6—80**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	Разд. 2
ГОСТ 3117—78	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 3760—79	Разд. 2
ГОСТ 4165—78	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4233—77	Разд. 2
ГОСТ 4328—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 4463—76	Разд. 2
ГОСТ 5817—77	Разд. 2
ГОСТ 5823—78	Разд. 2
ГОСТ 5962—67	Разд. 2
ГОСТ 7272—76	Разд. 2
ГОСТ 10484—78	Разд. 2
ГОСТ 10652—73	Разд. 2
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 26301—84	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1

gost.e-ecolog.ru