УДК 669.15'293-198 : 546.17.06 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# ФЕРРОНИОБИЙ

## Метод определения содержания азота

# ГОСТ 15933.11—70

Ferroniobium. Method for the determination of nitrogen content

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 6/V 1970 г. № 626 срок введения установлен с 1/VII 1971 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на феррониобий и устанавливает объемный метод определения содержания азота (при содержании азота от 0,01 до 0,5%).

Метод основан на растворении пробы в кислотах; при этом азот выделяется в виде аммиака, образуя с избытком кислот аммонийную соль. При нагревании раствора с избытком едкого натра или едкого кали выделяется свободный аммиак, который определяют титрованием кислотой в присутствии смешанного индикатора.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на феррониобий.

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 15933.0—70.

### 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

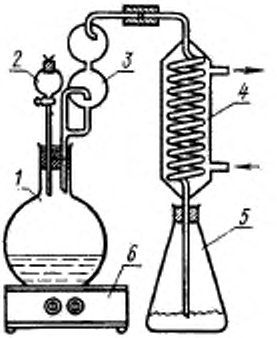
Аппарат для отгонки азота (см. чертеж).

2-91-95 12

Издание официальное Перепечатка воспрещена



gost.e-ecolog.ru




*1*—дистилляционная колба, *2*—капельная воронка; *3*—дефлегматор; *4*—холодильник; *5*—приемная колба; *6*—электроплитка.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66, разбавленная 1 : 2.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—63.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—64.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 50%-ный раствор.

Смешанный индикатор; готовят следующим образом: 0,125 *г* метилового красного и 0,083 *г* метиленовой сини растворяют в 100 *мл* этилового спирта.

Титрованный раствор серной кислоты, 0,01 н раствор.

Титр раствора серной кислоты устанавливают по безводному натрию, высушенному при 105—110°С в течение 2 *ч*.

1 *мл* 0,01 н раствора серной кислоты соответствует 0,00014 *г* азота.

Титрованный раствор едкого натра, 0,01 н раствор.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Величину навески феррониобия определяют в зависимости от содержания азота по табл. 1.

Таблица 1

| Содержание азота в % | Навеска феррониобия в *г* |
|---|---|
| До 0,010 | 3 |
| Св. 0,010 до 0,050 | 2 |
| » 0,050 » 0,20 | 1 |
| » 0,20 » 0,5 | 0,5 |

Навеску феррониобия помещают в платиновую чашку № 5, приливают 20 *мл* разбавленной 1 : 2 серной кислоты и осторожно, по каплям, во избежание бурного вскипания, приливают 1—2 *мл* фтористоводородной кислоты и 3—5 *мл* пергидроля. После растворения содержимое чашки выпаривают до появления паров серного ангидрида, которым дают выделяться 1—2 *мин*. После этого чашку охлаждают и ее содержимое при помощи промывалки с водой через капельную воронку переливают в дистилляционную колбу, в которую предварительно налито 100 *мл* 50%-ного раствора едкого натра, перемешивают и соединяют колбу с холодильником, охлаждаемым проточной водой. Носик холодильника должен быть опущен в приемную коническую колбу вместимостью 250 *мл*, в которую налито 15—20 *мл* воды, с таким расчетом, чтобы носик холодильника был погружен в воду. Дистилляционную колбу ставят на электроплиту и отгоняют аммиак. Отгонку продолжают до тех пор, пока в приемной колбе не окажется 200 *мл* дистиллята. После этого отсоединяют холодильник, промывают внутреннюю трубку и носик водой, в приемную колбу добавляют 10 капель смешанного индикатора и титруют содержимое колбы 0,01 н раствором серной кислоты до перехода зеленой окраски раствора в фиолетовую.

Можно применить метод обратного титрования. Для этого в приемную коническую колбу вместимостью 250 *мл* наливают 20 *мл* титрованного 0,01 н раствора серной кислоты и после отгонки аммиака оттитровывают избыточную серную кислоту 0,01 н раствором едкого натра в присутствии смешанного индикатора до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в зеленую.

Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт на содержание азота в реактивах.

## 4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Содержание азота ($X$) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{G},$$

где:

$V$ — объем 0,01 н раствора серной кислоты, израсходованный на титрование, в *мл*;

$V_1$ — объем 0,01 н раствора серной кислоты, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, в *мл*;

$T$ — титр раствора серной кислоты, выраженный в *г/мл* азота;

$G$ — навеска в *г*.

4.2. При обратном титровании содержание азота ($X_1$) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot T \cdot 100}{G},$$

где:

$V$ — объем 0,01 н раствора серной кислоты, находящийся в приемнике, в *мл*;

$V_1$ — объем 0,01 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование избытка серной кислоты, в *мл*;

$K$ — соотношение количества 0,01 н раствора серной кислоты и эквивалентного количества 0,01 н раствора едкого натра;

$G$ — навеска в *г*.

4.3. Допускаемые расхождения между результатами анализа не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Содержание азота в % | Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа в абс. % |
|---|---|
| От 0,010 до 0,020 | 0,002 |
| Св. 0,020 „ 0,050 | 0,003 |
| „ 0,050 „ 0,100 | 0,006 |
| „ 0,100 „ 0,200 | 0,015 |
| „ 0,200 „ 0,350 | 0,020 |
| „ 0,350 „ 0,500 | 0,030 |

gost.e-ecolog.ru