УДК 669.85/.86 : 546.17.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РЕДКИЕ МЕТАЛЛЫ И СПЛАВЫ НА ИХ ОСНОВЕ

Метод определения азота

Rare metals and their alloys.
Method for the determination of nitrogen

ГОСТ 22720.4—77

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29 сентября 1977 г. № 2341 срок введения установлен

с 01.01.79

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 27.07.83 № 3511 срок действия продлен

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на ниобий, тантал, ванадий, цирконий, гафний, молибден, вольфрам, редкоземельные металлы, сплавы ниобий—вольфрам, молибден—рений, молибден—цирконий, цирконий—ниобий—титан, кобальт—редкоземельные металлы, нитриды циркония и галлия и устанавливает объемный метод определения азота (при массовой доле азота от $5 \cdot 10^{-3}$% и выше).

При растворении пробы в соответствующих кислотах азот, находящийся в связанном виде (в форме нитридов и твердого раствора), переходит в раствор с образованием аммонийной соли. После проведения дистилляции аммиака из щелочного раствора (по методу Кьельдаля) определение заканчивают ацидиметрически в присутствии смешанного индикатора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 22720.0—77.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

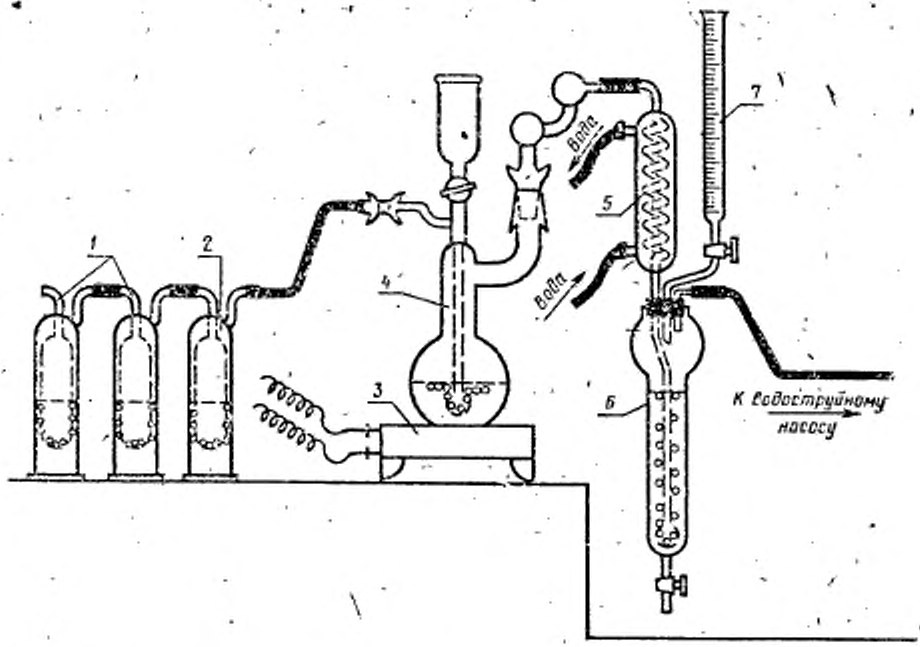
Установка для определения азота (см. чертеж).

Кислота серная по ГОСТ 14262—78, ос. ч. и разбавленная 1 : 1, 1 : 4.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Переиздание. Ноябрь 1983 г.

gost.e-ecolog.ru



1—склянки-ловушки, заполненные серной кислотой; *2*—склянка-ловушка, заполненная водой; *3*—электроплитка; *4*—дистилляционная колба из термостойкого стекла вместимостью 500 мл с пришлифованной пробкой, снабженной капельной воронкой с краном; *5*—холодильник; *6*—сосуд для улавливания аммиака; *7*—микробюретка 2-го класса

Кислота серная 0,1 и 0,01 н. растворы; готовят из фиксанала. 1 мл 0,01 н. раствора соответствует 0,14 мг азота.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, ос. ч., разбавленная 1 : 1 и 1 : 4.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—78.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145—74.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76.

Цинк гранулированный по ГОСТ 3640—79, ч. д. а.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Гидроокись натрия (натр едкий) по ГОСТ 4328—77, ч. д. а., раствор; готовят следующим образом: 400 г гидроокиси натрия растворяют небольшими порциями в 1000 мл воды. К полученному раствору прибавляют 2—3 кусочка цинка и несколько кристалликов сернокислой меди, перемешивают и кипятят в течение 40—60 мин, доливая воду для поддержания первоначального объема. Приготовленный раствор хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде.

Смешанный индикатор; готовят следующим образом: 0,062 г метилового красного и 0,041 г метиленового синего растворяют в 100 мл спирта и хранят в плотно закрытой склянке.

Вода бидистиллированная свежеперегнанная.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Собирают установку по чертежу и проверяют герметичность всей системы (с помощью аспиратора) просасыванием воздуха равномерно со скоростью 3—4 пузырька в 1 с.

Перед началом работы производят очистку раствора щелочи и всей системы прибора от следов аммиака. Для этого в дистилляционную колбу наливают 50 мл едкого натра и 50 мл воды. В сосуд для улавливания аммиака наливают 25—30 мл воды и 2—3 капли смешанного индикатора. Микробюретку заполняют 0,01 н. раствором серной кислоты. Дистилляционную колбу с раствором едкого натра нагревают до кипения и кипятят 5—10 мин. Полноту удаления аммиака контролируют по изменению окраски смешанного индикатора, добавляя из бюретки по каплям 0,01 н. раствор серной кислоты до восстановления фиолетовой окраски раствора. Очистку считают законченной, если фиолетовая окраска сохраняется в течение 3—5 мин. Анализ необходимо проводить в помещении, в котором не ведутся работы с аммиаком и его солями.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Для определения азота в анализируемых материалах используют три пробы в виде порошка, стружки или фольги массой по 0,5 г; при анализе нитридов — три пробы массой по 0,05 г. Условия растворения анализируемых материалов приведены в табл. 1.

Таблица 1

Анализируемый металл	Условия растворения
Ниобий	Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, добавляют 3 г сернокислого калия, 10 мл серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3, колбу закрывают воронкой и нагревают в течение 20 мин до растворения ниобия и обильного выделения паров серной кислоты. После охлаждения содержимое колбы растворяют в 50 мл воды

Продолжение табл. 1

Анализируемый металл	Условия растворения
Тантал	Навеску помещают в платиновую чашку, смачивают 2 мл воды, приливают 10—15 мл фтористоводородной кислоты и по каплям добавляют пергидроль (1 мл). Растворение производят сначала без нагревания, а потом при умеренном нагревании до полного растворения пробы. После охлаждения содержимое чашки разбавляют 50 мл воды
Цирконий, гафний	Навеску помещают в стакан вместимостью 100 мл, приливают 10 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и по каплям добавляют фтористоводородную кислоту (до 1 мл), умеренно нагревают до растворения металла. К охлажденному раствору добавляют 50 мл воды
Ванадий	Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 15 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 4, закрывают колбу воронкой и умеренно нагревают в течение 15 мин до растворения металла. К охлажденному раствору добавляют 50 мл воды
Вольфрам	Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл и растворяют в 30 мл 30%-ного раствора перекиси водорода без нагревания. После растворения металла к раствору прибавляют 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и кипятят в течение 20 мин до удаления перекиси водорода. После охлаждения содержимое колбы разбавляют 50 мл воды
Молибден	Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, добавляют 15—20 мл серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3 и нагревают до появления паров серной кислоты и полного растворения металла. К охлажденному раствору добавляют 50 мл воды
Редкоземельные металлы и сплавы	Навеску помещают в стакан вместимостью 100 мл, смачивают 3 мл воды, накрывают стакан часовым стеклом и небольшими порциями приливают 15 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 2. Сначала содержимое стакана выдерживают без нагревания до окончания бурной реакции, а затем умеренно нагревают до полного растворения металла. После охлаждения содержимое стакана разбавляют 50 мл воды
Сплав молибден — рений	Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, добавляют 30 мл 30%-ного раствора перекиси водорода и растворяют при охлаждении. После растворения сплава добавляют 30 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и кипятят до удаления перекиси водорода. К охлажденному раствору добавляют 50 мл воды

Продолжение табл. 1

Анализируемый металл	Условия растворения
Сплав ниобий—вольфрам—молибден—цирконий	Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, добавляют 3 г сернокислого калия и 10 мл серной кислоты плотностью 1,84 г/см³. Колбу закрывают воронкой и нагревают до полного растворения сплава в течение 20 мин при обильном выделении паров серного ангидрида. После охлаждения содержимое колбы растворяют в 50 мл воды
Сплав цирконий—ниобий—титан	Навеску помещают в платиновую чашку, смачивают 5 мл воды и осторожно приливают небольшими порциями фтористоводородную кислоту (около 5 мл). Растворение сначала ведут без нагревания, во избежание бурной реакции, а затем слабо нагревают до полного растворения сплава. После охлаждения содержимое чашки разбавляют 50 мл воды
Нитрид циркония	Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, добавляют 7 г сернокислого калия, 15 мл серной кислоты плотностью 1,84 г/см³, колбу закрывают воронкой и нагревают до полного растворения пробы и обильного выделения паров серной кислоты. К охлажденному раствору добавляют 50 мл воды
Нитрид галлия	Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, смачивают 5 мл воды, осторожно приливают 10 мл серной кислоты плотностью 1,84 г/см³, добавляют 5—7 г сернокислого калия, закрывают колбу воронкой и нагревают в течение 20 мин до полного растворения пробы, раствор охлаждают и приливают к нему 50 мл воды

4.1. Дистилляция

В дистилляционную колбу, в которой предварительно была произведена очистка щелочи и всей системы прибора от следов аммиака (см. разд. 3), переносят анализируемый раствор, полученный в соответствии с требованиями, указанными в табл. 1. Кран воронки закрывают и содержимое колбы тщательно перемешивают. Подогревают раствор и в течение 45 мин производят дистилляцию аммиака, поддерживая непрерывное кипение раствора. По мере отгонки аммиака окраска смешанного индикатора изменяется из фиолетово-красной в зеленую. Сразу же после появления зеленой окраски добавляют из бюретки по каплям 0,01 н. раствор серной кислоты до восстановления фиолетово-красной окраски раствора. Отгонку заканчивают, когда окраска смешанного индикатора в сосуде для улавливания аммиака продолжает сохранять слабый

фиолетово-красный цвет в течение 5 мин. В полученные результаты вводят поправку контрольного опыта на загрязнение реактивов.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю азота (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}00014(V - V_1)100}{m},$$

где V — объем раствора серной кислоты (плотностью 1,84 г/см³), израсходованный на титрование аммиака, мл;

V_1 — объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование раствора при проведении контрольного опыта, мл;

m — масса образца, г.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2. Для промежуточных значений массовых долей азота допускаемые расхождения определяют линейной интерполяцией.

Таблица 2

Массовые доли азота, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	Массовые доли азота, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
$5 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-1}$	$2 \cdot 10^{-2}$
$1 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-1}$	$3 \cdot 10^{-2}$
$5 \cdot 10^{-2}$	$1{,}5 \cdot 10^{-2}$	2,0	$3 \cdot 10^{-1}$

Изменение № 1 ГОСТ 22720.4—77 Редкие металлы и сплавы на их основе. Метод определения азота

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 02.03.88 № 427

Дата введения 01.01.89

gost.e-ecolog.ru

нием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$.

Раздел 2. Третий абзац изложить в новой редакции: «Кислота серная концентрации 0,05 моль/$дм^3$ (0,1 н.) и 0,005 моль/$дм^3$ (0,01 н.)».

(ИУС № 5 1988 г.)