УДК 669.5'296'782—198:546.621.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОСИЛИКОЦИРКОНИЙ

Метод определения алюминия

Ferrosilicozirconium. Method for determination of aluminium

ГОСТ 17001.8—86

Взамен ГОСТ 17001.8—71

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 ноября 1986 г. № 3512 срок действия установлен

с 01.01.88
до 01.01.98

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический метод определения алюминия в ферросиликоцирконии при массовой доле его от 1,0 до 12,0%.

Метод основан на образовании комплексного соединения алюминия с динатриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) с последующим разрушением этого соединения фтористым натрием. Эквивалентное количество выделившегося трилона Б титруют раствором уксуснокислого цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого. Железо и цирконий предварительно отделяют в виде гидроксидов при помощи гидроксида натрия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и с молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1, 1 : 10 и 1 : 100.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм^3; хранить в полиэтиленовой посуде.

Натрия перекись.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, раствор с массовой концентрацией 35 г/дм^3; хранить в полиэтиленовой посуде.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Буферный раствор pH 5,5—5,8 : 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1 дм^3 воды, добавляют 30 см^3 уксусной кислоты и перемешивают (контроль по pH-метру).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, спиртовой раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см^3.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Ксиленоловый оранжевый.

Смесь индикаторная: 0,1 г ксиленолового оранжевого тщательно растирают с 10 г хлористого натрия.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Цирконил азотнокислый.

Стандартный раствор циркония: 58,59 г азотнокислого цирконила растворяют в 250 см^3 азотной кислоты с молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают этой же кислотой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация циркония в растворе равна 0,020 г/см^3.

Алюминий первичный по ГОСТ 11069—74.

Стандартный раствор алюминия: 1,0000 г алюминия помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 50 см^3 соляной кислоты (1 : 1). Раствор охлаждают, осторожно приливают 20 см^3 раствора серной кислоты и выпаривают до выделения паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 2—3 мин и вновь охлаждают. Обмывают стенки колбы водой и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе равна 0,001 г/см^3.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′ — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм^3: 9,306 г трилона Б растворяют в 300 см^3 воды в присутствии нескольких капель аммиака.

Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Фильтр промывают 2—3 раза водой и отбрасывают. Раствор доливают до метки водой и перемешивают; хранить в полиэтиленовой посуде.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823—78, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм³: 5,5 г цинка уксуснокислого растворяют в 100 см³ воды, добавляют 2 см³ уксусной кислоты и разбавляют водой до 1 дм³.

Массовую концентрацию раствора уксуснокислого цинка устанавливают по стандартным образцам, близким по составу к анализируемой пробе и проведенным через все стадии анализа, или по стандартному раствору алюминия, проведенному через весь ход анализа.

Для этого в платиновую чашку помещают стандартные растворы алюминия и циркония в количествах, соответствующих содержанию алюминия и циркония в анализируемой пробе и проводят через весь ход анализа.

Массовую концентрацию раствора уксуснокислого цинка по алюминию, выраженную в г/см³, вычисляют по формуле

$$c = \frac{m}{V - V_1},$$

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

V — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный при втором титровании, см³;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. При кислотном разложении навеску ферросиликоциркония массой 0,5 г помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, приливают 5 см³ воды, 5 см³ азотной кислоты, а затем по каплям добавляют фтористоводородную кислоту до растворения основной массы навески, прикрыв чашку крышкой из пластмассы, и еще 5 см³ фтористоводородной кислоты в избыток. Затем нагревают до полного растворения навески, приливают 10 см³ разбавленной серной кислоты и выпаривают содержимое чашки досуха. Охлаждают, стенки чашки обмывают водой и вновь выпаривают досуха.

После охлаждения в чашку приливают 20 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), нагревают и содержимое чашки переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³. Чашку обмывают несколько раз горячей водой, собирая промывные воды в ту же

колбу. Содержимое колбы нагревают до полного растворения солей.

Раствор фильтруют через плотный фильтр в присутствии небольшого количества беззольной фильтробумажной массы. Остаток переносят на фильтр с помощью стеклянной палочки. Фильтр с остатком промывают 5—6 раз горячим раствором соляной кислоты (1 : 100), собирая фильтрат и промывные воды в коническую колбу вместимостью 250 см³.

Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, сушат, озоляют и прокаливают при 700—800°С до полного выгорания углерода. Остаток в тигле сплавляют с 3 г пиросернокислого калия при 700—800°С в течение 10—15 мин.

Плав выщелачивают в 50 см³ соляной кислоты (1 : 10) и раствор присоединяют к основному фильтрату.

К объединенному раствору добавляют 2 г борной кислоты, выпаривают его примерно до 100 см³ и охлаждают. Затем нейтрализуют раствором гидроксида натрия до начала выпадения гидроксида циркония, после чего тонкой струей при перемешивании переливают в стакан вместимостью 400 см³, в который предварительно налито 50 см³ горячего раствора гидроксида натрия. Содержимое стакана кипятят в течение 3—4 мин и охлаждают.

Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют до метки водой, перемешивают и дают отстояться.

3.2. При щелочном сплавлении навеску ферросиликоциркония массой 0,5 г помещают в железный тигель, тщательно перемешивают с 7 г перекиси натрия, сверху добавляют 3 г перекиси натрия и сплавляют при 750—800°С. Вначале нагревание тигля с содержимым производят осторожно у входа муфельной печи, затем продвигают его в более горячую зону, нагревают до полного расплавления и при указанной температуре выдерживают в течение 3—5 мин.

После этого тигель с содержимым охлаждают, помещают в стакан вместимостью 400 см³, прибавляют 100 см³ воды и оставляют на некоторое время до окончания выщелачивания плава. Затем, не удаляя тигля из стакана, раствор кипятят для разрушения перекиси водорода до момента прекращения выделения крупных пузырьков газа.

Раствор охлаждают, тигель извлекают из стакана и обмывают стенки тигля водой. Затем раствор с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют до метки водой, перемешивают и дают осадку отстояться.

3.3. Раствор, полученный по п. 3.1 или п. 3.2, фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

Аликвотную часть 200 см³ (при массовой доле алюминия до 3,0%) или 100 см³ (при массовой доле алюминия свыше 3,0%

до 7,0%), или 50 см³ (при массовой доле алюминия свыше 7,0%) помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают точно 30 см³ раствора трилона Б.

Избыток гидроксида натрия в присутствии 2—3 капель фенолфталеина или 30—50 мг индикаторной смеси нейтрализуют соляной кислотой (1 : 1) до изменения окраски раствора, затем приливают 20 см³ буферной смеси и кипятят в течение 2—3 мин.

Раствор охлаждают и избыток трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка в присутствии 50—100 мг индикаторной смеси до перехода желтой окраски раствора в красно-фиолетовую. Затем для связывания алюминия во фторидный комплекс приливают 30 см³ раствора фтористого натрия, кипятят в течение 2—3 мин, охлаждают, и выделившийся трилон Б титруют раствором уксуснокислого цинка в присутствии дополнительно прибавленной смеси индикатора в количестве приблизительно 50 мг.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где V — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование после прибавления фтористого натрия, см³;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта после прибавления фтористого натрия, см³;

c — массовая концентрация раствора уксуснокислого цинка по алюминию, г/см³;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице.

Массовая доля алюминия %	Абсолютные допускаемые расхождения %
От 1,0 до 2,0 включ	0,2
Св 2,0 » 5,0 »	0,3
» 5,0 » 12,0 »	0,4

gost.e-ecolog.ru