УДК 669.15/293.198:546.621.06 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОНИОБИЙ

Метод определения алюминия

Ferroniobium. Method for determination of aluminium

ГОСТ 15933.7—90

ОКСТУ 08 09

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический метод определения алюминия в феррониобии при массовой доле его от 0,5 до 7%.

Метод основан на образовании комплексного соединения алюминия с динатриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилоном Б) и обратном титровании избытка трилона Б раствором цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого. Алюминий отделяют от мешающих элементов сплавлением с пероксидом натрия с последующим выщелачиванием плава раствором хлористого 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 максимальным размером частиц 0,08 мм по ГОСТ 20515.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Натрия пероксид.
Натрий углекислый по ГОСТ 83.
Натрий хлористый по ГОСТ 4233 и насыщенный раствор.
Кислота азотная по ГОСТ 4461.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 :1.
Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.
Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

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 или спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой концентрацией 1 $г/дм^3$.

Ксиленоловый оранжевый.

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

Железо карбонильное.

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

Алюминий металлический.

Стандартный раствор алюминия: 1,0000 г алюминия растворяют при нагревании в 50 $см^3$ раствора соляной кислоты с добавлением 4—5 капель азотной кислоты. Раствор кипятят до удаления оксидов азота. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/$дм^3$: 5,49 г уксуснокислого цинка растворяют в 500 $см^3$ воды, прибавляют 25 $см^3$ буферного раствора. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Соль динатриевая этилендиамин — *N, N, N′, N′*-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/$дм^3$: 9,31 г трилона Б растворяют в 300 $см^3$ воды. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$. Фильтр промывают 2—3 раза водой и отбрасывают. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора трилона Б, выраженную в $г/см^3$ алюминия, устанавливают по стандартному образцу, близкому по составу к анализируемой пробе и проведенному через все стадии анализа, или по стандартному раствору алюминия, проведенному через все стадии анализа.

Для этого в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ помещают навеску карбонильного железа и стандартный раствор алюминия в количествах, соответствующих содержанию железа и алюминия в анализируемой пробе, приливают 50 $см^3$ раствора соляной кислоты, растворяют при нагревании, затем добавляют 3—4 капли азотной кислоты и кипятят 2—3 мин. Затем раствор охлаждают и добавляют 100 $см^3$ воды. Раствор нейтрализуют раствором гидроксида натрия до начала выпадения гидроксида железа. После чего раствор тонкой струей, перемешивая, перели-

вают в кварцевый или фторпластовый стакан вместимостью 400—500 см³, в котором находится 40 см³ горячего раствора гидроксида натрия, кипятят 3—4 мин и охлаждают.

Раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу и отбрасывают первые порции фильтрата. Далее поступают, как указано в п. 3.2.

Массовую концентрацию (C) раствора трилона Б, выраженную в г/см³ алюминия, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V - V_1 \cdot K},$$

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

V — объем раствора трилона Б, добавленный к анализируемому раствору, см³;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б, см³;

K — соотношение растворов трилона Б и уксуснокислого цинка.

Для установки соотношения растворов трилона Б и уксуснокислого цинка отбирают аликвотную часть контрольного опыта 200,0 см³, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают из бюретки 30,0 см³ раствора трилона Б и нейтрализуют избыток гидроксида натрия в присутствии 2—3 капель фенолфталеина раствором соляной кислоты до исчезновения малиновой окраски раствора. Затем приливают 15 см³ буферного раствора и нагревают до кипения. После чего охлаждают, прибавляют 50—100 мг индикаторной смеси и избыток трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка до перехода желтой окраски раствора в красно-малиновую. Соотношение растворов трилона Б и уксуснокислого цинка вычисляют по формуле

$$K = \frac{V}{V_1},$$

где V — объем раствора трилона Б, добавленный в раствор контрольного опыта, см³;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б в контрольном опыте, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы, отобранную согласно табл. 1, помещают в железный тигель, прибавляют 5—6 г пероксида натрия, 1—2 г натрия углекислого, перемешивают стеклянной палочкой, засыпа-

ют сверху небольшим количеством пероксида натрия и сплавляют при температуре 650—700 °С.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Масса навески, г
От 0,5 до 2 включ.	1,0
Св. 2 » 4 »	0,5
» 4 » 7 »	0,25

Охлажденный плав выщелачивают в 100 см³ насыщенного раствора хлористого натрия в стакане из фторпласта вместимостью 300—400 см³. Затем тигель вынимают из стакана и обмывают его водой. Стакан ставят на плиту и кипятят до разрушения пероксида натрия. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу. Первые порции фильтрата отбрасывают.

3.2. Аликвотную часть раствора 200,0 см³ помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают из бюретки 30,0 см³ раствора трилона Б и нейтрализуют раствором соляной кислоты в присутствии фенолфталеина до исчезновения малиновой окраски. К раствору прибавляют 15 см³ буферного раствора и нагревают до кипения. Затем раствор охлаждают и прибавляют 50—100 мг индикаторной смеси. Избыток трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка до перехода желтой окраски раствора в красно-малиновую.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(V - V_1 \cdot K)\, C \cdot 100}{m},$$

где C — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см³ алюминия;

V — объем раствора трилона Б, добавленный к раствору пробы, см³;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б, см³;

K — соотношение растворов трилона Б и уксуснокислого цинка;

m — 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, %			
		результатов двух анализов	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 0,5 до 1,0 включ.	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03
Св 1 0 » 2 »	0,07	0,09	0,08	0,09	0,05
» 2 » 5 »	0,11	0,14	0,12	0,14	0,07
» 5 » 7 »	0,16	0,20	0,17	0,20	0,11

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 791

3. **Срок первой проверки — I кв. 2000 г.**
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 15933.7—70**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 83—79	2
ГОСТ 3117—77	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 5962—79	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 20515—75	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1

gost.e-ecolog.ru