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. № 625 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.

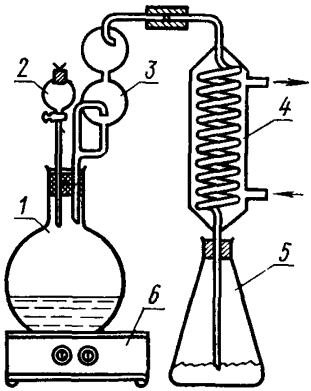
1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Аппарат для отгонки азота (см. чертеж).

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 ферониобия 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