УДК 669.15'782.9:543.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СИЛИКОКАЛЬЦИЙ

Методы определения алюминия

ГОСТ 14858.7—91

Silicocalcium.
Methods for the for determination of aluminium

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает методы определения алюминия:

атомно-абсорбционный — при массовой доле его от 0,1 до 6%;

комплексонометрический — при массовой доле его от 0,5 до 6%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 25207.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в кислотах, сплавлении нерастворимого остатка со смесью карбоната натрия или калия и борной кислоты и измерении атомной абсорбции алюминия при длине волны 309,3 нм в пламени закись азота — ацетилен.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр со всеми принадлежностями и с источником излучения для алюминия.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота хлорная ρ 1,5 г/см^3.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Калий углекислый по ГОСТ 4221.

Смесь для сплавления:

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

3 весовых части карбоната калия или натрия, предварительно растертого в фарфоровой ступке, смешивают с 1 весовой частью борной кислоты и тщательно перемешивают.

Железо металлическое.

Раствор железа: 5 г железа растворяют в 20 см³ соляной кислоты, окисляют азотной кислотой, выпаривают до влажных солей. Соли растворяют в 20 см³ соляной кислоты, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,005 г железа.

Кальций азотнокислый 4-водный по ГОСТ 4142.

Раствор кальция: 58,9 г нитрата кальция растворяют в 100 см³ воды. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Фильтр промывают водой, раствор доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,01 г кальция.

Алюминий металлический.

Стандартный раствор алюминия: 1,0000 г алюминия растворяют в 10 см³ соляной кислоты при нагревании, окисляют несколькими каплями азотной кислоты, кипятят до удаления оксидов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г алюминия.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы, отобранную согласно табл. 1, помещают в платиновую или стеклоуглеродистую чашку и растворяют в 5 см³ азотной кислоты, 10 см³ фтористоводородной и 10 см³ хлорной кислоты. Раствор нагревают до полного растворения навески, затем выпаривают досуха.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Масса навески пробы, г	Масса алюминия в атомизируемом растворе, мг	Объем стандартного раствора, см³
От 0,1 до 0,5 включ.	0,5	0,5—2,5	0,5—2,5
Св. 0,5 » 2 »	0,2	1—4	1—4
» 2 » 6 »	0,1	2—6	2—6

Соли растворяют в 5 см³ соляной кислоты и 20 см³ воды при нагревании. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, и осадок на фильтре промывают 6—8 раз горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 700—800 °С. Затем осадок в тигле сплавляют с 1 г

смеси для сплавления при температуре (1000±50) °С в течение 5 мин. Плав выщелачивают в 50 см³ горячей воды и объединяют с фильтратом, который предварительно выпаривают до объема 20—30 см³.

Объединенный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Атомную абсорбцию алюминия измеряют параллельно в растворе контрольного опыта, растворе пробы, в растворах для построения градуировочного графика, растворе стандартного образца при длине волны 309,3 нм в пламени закись азота — ацетилен.

2.3.2. После вычитания значения абсорбции раствора контрольного опыта из значения абсорбции раствора пробы находят массу алюминия в растворе пробы методом сравнения со стандартным образцом по химическому составу, аналогичному составу анализируемой пробы, или методами добавок, или градуировочного графика.

2.3.2.1. При применении метода сравнения со стандартным образцом навеску стандартного образца проводят через все стадии анализа по п. 2.3.1.

2.3.2.2. При применении метода добавок к навеске пробы добавляют такое количество стандартного раствора алюминия, чтобы значение абсорбции раствора пробы с добавлением стандартного раствора составило не более двухкратного значения абсорбции раствора пробы и находилось в линейном диапазоне градуировочного графика. Далее анализ проводят по п. 2.3.1.

2.3.2.3. При применении метода градуировочного графика в ряд стаканов помещают растворы железа и кальция в количествах, соответствующих их содержанию в пробе, стандартный раствор алюминия согласно табл. 1. В один стакан стандартный раствор алюминия не помещают. Раствор этого стакана служит контрольным опытом. Во все стаканы помещают по 10 см³ хлорной кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

Градуировочный график строят по результатам, полученным после вычитания значения абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор алюминия, из значений абсорбции растворов, содержащих стандартный раствор алюминия, и соответствующим им массам алюминия.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю алюминия (X) в процентах, определяемую методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X = \frac{A(D-D_1)}{D_2-D_1}, \qquad (1)$$

где A — аттестованное значение массовой доли алюминия в стандартном образце, %;

D — значение атомной абсорбции раствора пробы;

D_1 — значение атомной абсорбции раствора контрольного опыта;

D_2 — значение атомной абсорбции раствора стандартного образца.

2.4.2. Массовую долю алюминия (X_1) в процентах, определяемую методом добавок, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1(D-D_1)}{(D_3-D)\cdot m} \cdot 100, \qquad (2)$$

где m_1 — масса алюминия, добавленная к навеске пробы, г;

D — значение атомной абсорбции раствора пробы без добавления стандартного раствора алюминия;

D_1 — значение атомной абсорбции раствора контрольного опыта;

D_3 — значение атомной абсорбции раствора пробы с добавлением стандартного раствора алюминия;

m — масса навески пробы, г.

2.4.3. Массовую долю алюминия (X_2) в процентах, определяемую методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_2}{m} \cdot 100, \qquad (3)$$

где m_2 — масса алюминия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, г.

2.4.4. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли алюминия приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 0,1 до 0,2 включ	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
Св 0,2 » 0,5 »	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03
» 0,5 » 1,0 »	0,06	0,08	0,07	0,08	0,04
» 1,0 » 2 »	0,09	0,11	0,09	0,11	0,06
» 2 » 5 »	0,14	0,18	0,15	0,18	0,09
» 5 » 6 »	0,20	0,25	0,21	0,26	0,13

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в кислотах, образовании комплексного соединения с трилоном Б, разрушении этого соеди-

нения фторидом натрия и титровании выделившегося трилона Б раствором цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

От сопутствующих элементов алюминий отделяют уротропином и гидроксидом натрия.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 1:1, 1:3, 1:100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 1:1.

Кислота хлорная ρ 1,5 г/см³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 250 г/дм³. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Буферный раствор (pH 5,5—5,8):500 г уксуснокислого аммония растворяют в воде в стакане вместимостью 800 см³, добавляют 30 см³ уксусной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают. Устанавливают pH раствора, добавляя раствор аммиака или уксусную кислоту.

Железо металлическое.

Раствор железа: 5 г железа растворяют в 20 см³ соляной кислоты, окисляют азотной кислотой, выпаривают до влажных солей. Соли растворяют в 20 см³ соляной кислоты, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,005 г железа.

Уротропин, растворы 250 г/дм³ и 5 г/дм³.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, раствор 30 г/дм³, хранят в полиэтиленовом сосуде.

Фенолфталеин, индикатор, спиртовой раствор 1 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор: 1 весовую часть ксиленолового оранжевого $(C_{31}H_{32}N_2O_{13}S)$ тщательно растирают с 100 весовыми частями хлорида натрия.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,0125 моль/дм³ раствор: 4,65 г трилона Б растворяют в 200 см³ воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Цинк металлический по ГОСТ 3640 или цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823.

Раствор цинка 0,0125 моль/дм³: 0,82 г цинка растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1 с добавкой 2—4 капель азотной кислоты и выпаривают раствор до сиропообразного состояния. Затем добавляют 100 см³ воды, нагревают до полного растворения солей, охлаждают, добавляют 25 см³ буферного раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают. Или 2,74 г ацетата цинка растворяют в 500 см³ воды, приливают 25 см³ буферного раствора. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора цинка устанавливают, используя стандартный раствор алюминия с добавкой раствора железа в количестве, близком содержанию его в анализируемой пробе и поступают, как указано в п. 3.3.

Массовую концентрацию раствора цинка (c), выраженную в г/см³ алюминия, вычисляют по формуле

$$c = \frac{m_1}{V_2 - V_3}, \qquad (4)$$

где m_1 — масса алюминия в стандартном растворе, г;

V_2 — объем раствора цинка, израсходованный на титрование стандартного раствора после добавления фторида натрия, см³;

V_3 — объем раствора цинка, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта после добавления фторида натрия, см³.

Алюминий металлический.

Стандартный раствор алюминия: 1,0000 г алюминия растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты 1:1 в стакане вместимостью 250 см³, добавляют 4—5 капель азотной кислоты и кипятят до удаления оксидов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г алюминия.

3.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, добавляют 10 см³ азотной кислоты, перемешивают и осторожно по каплям добавляют 10 см³ фтористоводородной кислоты, затем после окончания бурной реакции приливают 10 см³ хлорной кислоты, нагревают и выпаривают раствор до выделения густых паров хлорной кислоты. После охлаждения чашки обмывают ее стенки водой, добавляют еще 10 см³ хлорной кислоты и выпаривают досуха. Затем добавляют 10 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Остаток охлаждают, растворяют в 15 см³ соляной кислоты и 60 см³ горячей

воды и нагревают до растворения солей. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, уплотненный бумажной массой. Фильтр с осадком тщательно промывают 10—15 раз горячим раствором соляной кислоты 1:100, собирая фильтрат и промывной раствор в стакан вместимостью 500 см³ (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, сушат, озоляют и прокаливают при температуре 700—750 °С. Затем осадок в тигле сплавляют с 1 г карбоната натрия при температуре 1000 °С. После охлаждения плав выщелачивают в 30—40 см³ раствора соляной кислоты 1:3 и полученный раствор присоединяют к основному раствору. Объем объединенного раствора должен быть около 200 см³.

Затем раствор нагревают до температуры около 50 °С и осторожно добавляют аммиак до получения незначительного осадка гидроксидов. Осадок растворяют добавлением нескольких капель раствора соляной кислоты 1:1, добавляют 20 см³ раствора уротропина 250 г/дм³, нагревают и выдерживают при температуре 80—90 °С в течение 10—15 мин. Осадок фильтруют на фильтр средней плотности и промывают 8—10 раз теплым раствором уротропина 5 г/дм³. Осадок смывают струей воды в стакан, в котором проводилось осаждение, а остатки растворяют на фильтре горячим раствором соляной кислоты 1:1, добавляя его дважды порциями по 10 см³. Фильтр промывают 8—10 раз горячим раствором соляной кислоты 1:100, собирая промывные растворы в тот же стакан. Содержимое стакана нагревают до полного растворения осадка, а затем выпаривают до объема около 20 см³. Добавляют 80 см³ воды, 2 г борной кислоты и нагревают до растворения. Горячий раствор вливают тонкой струей при перемешивании в тефлоновый или кварцевый стакан вместимостью 500 см³, содержащий 50 см³ горячего раствора гидроксида натрия. Содержимое стакана кипятят в течение 2—3 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

В зависимости от массовой доли алюминия отбирают соответствующие аликвотные части фильтрата согласно табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля алюминия, %	Объем аликвотной части, см³
От 0,5 до 2 включ.	200
Св. 2 » 4 »	100
» 4 » 6 »	50

Раствор помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 30,0 см³ раствора трилона Б, 2—3 капли раствора фенолфталеина, нейтрализуют избыток гидроксида натрия раствором соляной кислоты 1:1 до исчезновения розовой окраски и добавляют еще 2—3 капли в избыток (pH раствора должен быть 5,5—5,8). К полученному раствору добавляют 20 см³ буферного раствора, нагревают до кипения и кипятят в течение 2—4 мин. Раствор охлаждают, добавляют около 0,1 г ксиленолового оранжевого и титруют избыток трилона Б раствором цинка до изменения окраски раствора из желтой в фиолетовую. Если после добавления ксиленолового оранжевого раствор окрашивается не в желтый, а в красно-фиолетовый цвет, нужно добавить несколько капель раствора соляной кислоты 1:1 до получения чистой желтой окраски.

Затем добавляют 30 см³ раствора фторида натрия и кипятят в течение 2—3 мин (раствор окрашивается в желтый цвет). Раствор охлаждают, добавляют около 0,1 г ксиленолового оранжевого и титруют выделившийся трилон Б раствором цинка вышеописанным способом.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю алюминия (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot c}{m} \cdot 100, \qquad (5)$$

где V — объем раствора цинка, израсходованный на титрование раствора пробы после добавления фторида натрия, см³;

V_1 — объем раствора цинка, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта после добавления фторида натрия, см³;

c — массовая концентрация раствора цинка, выраженная в г/см³ алюминия;

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

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли алюминия приведены в табл. 2.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

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

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 02.10.91 № 1578

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14858.7—81

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	3.2
ГОСТ 83—79	2.2, 3.2
ГОСТ 3117—78	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2
ГОСТ 3760—79	3.2
ГОСТ 4142—77	2.2
ГОСТ 4221—76	2.2
ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2
ГОСТ 9656—75	2.2, 3.2
ГОСТ 10484—78	2.2
ГОСТ 25207—85	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *А. Н. Васильева*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 23.10.91 Подп. к печ. 02.12.91 1,25 усл. п. л. 1,38 усл. кр.-отт. 1,08 уч.-изд. л.
Тираж 600 экз. Цена 30 р. 20 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2027