УДК 669.15'782—198 : 546.621.06 : 006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 13230.7—81

(СТ СЭВ 2197—80)

ФЕРРОСИЛИЦИЙ

Методы определения общего алюминия

Ferrosilicon. Methods for the determination of aluminium

Взамен
ГОСТ 13230.7—67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 июня 1981 г. № 3028 срок действия установлен

с 01.01 1983 г.
до 01.01 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения общего алюминия в ферросилиции: атомно-абсорбционный (при массовой доле алюминия от 0,1 до 3,5%), фотометрический (при массовой доле алюминия от 0,05 до 1,0%) и комплексонометрический (при массовой доле алюминия от 0,5 до 3,5%).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2197—80.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Отбор проб проводят по ГОСТ 20016—74 со следующим дополнением: лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении ферросилиция во фтористоводородной и азотной кислотах, сплавлением нерастворимого остатка с натрием углекислым и борной кислотой с последующим измерением атомной абсорбции алюминия при длине волны 309,3 нм, в пламени закись азота — ацетилен.

Для сохранения идентичных условий атомизации анализируемых растворов и растворов градуировочного графика в последние вводится железо, а также кислоты в соответствующих количествах.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота хлорная, плотностью 1,51 или 1,67 г/см^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 9.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Натрий углекислый, безводный по ГОСТ 83—79.

Железо карбонильное, не содержащее алюминий и 1%-ный раствор.

Раствор А: 5 г железа растворяют в 25 см^3 соляной кислоты в стакане вместимостью 400 см^3 при слабом нагревании. Затем приливают 25 см^3 раствора хлорной кислоты и выпаривают до паров хлорной кислоты. После охлаждения приливают 25 см^3 соляной кислоты, 100 см^3 воды и растворяют соли при нагревании. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор Б: 5 г железа растворяют в 25 см^3 соляной кислоты в стакане вместимостью 400 см^3 при слабом нагревании. После растворения добавляют 25 см^3 хлорной кислоты и выпаривают раствор до выделения паров хлорной кислоты. Раствор охлаждают. К охлажденному раствору приливают 50 см^3 соляной кислоты и после того, как раствор станет абсолютно прозрачным, добавляют 50 см^3 воды. В платиновом тигле смешивают 5 г натрия углекислого с 2,5 г борной кислоты и сплавляют при температуре 1000°С. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан с раствором, приготовленным вышеописанным способом, и выщелачивают плав при слабом нагревании. Тигель извлекают из стакана и тщательно обмывают, собирая промывные воды в тот же стакан. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор фона: в платиновом тигле смешивают 5 г натрия углекислого с 2,5 г борной кислоты и сплавляют при температуре 1000°С. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 250 см^3, содержащий 30 см^3 соляной кислоты, 15 см^3 раствора хлорной кислоты, 50 см^3 воды, и выщелачивают плав при слабом нагревании. Тигель извлекают из стакана и тщательно обмывают, собирая промывные воды в тот же стакан. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Ртуть металлическая по ГОСТ 4658—73.

Никель двухлористый, 6-водный по ГОСТ 4038—79, 0,2%-ный раствор.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74.

Стандартный раствор алюминия: 1 г металлического алюминия растворяют в 30 см³ соляной кислоты в присутствии 1 капли ртути металлической или 2 см³ раствора никеля двухлористого. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе равна 0,001 г/см³.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску ферросилиция массой 1 г помещают в платиновую чашку, осторожно приливают 10 см³ фтористоводородной кислоты, затем, по каплям, до полного растворения пробы, азотную кислоту и еще 5 см³ в избыток. Если массовая доля кремния в пробе 65% или более, то к раствору приливают 30 см³ раствора железа А. Затем приливают 5 см³ раствора хлорной кислоты и нагревают до появления паров хлорной кислоты. После охлаждения к раствору приливают 30 см³ разбавленной соляной кислоты и снова нагревают до растворения солей. Нерастворившийся остаток фильтруют на плотный фильтр, собирая фильтрат в стакан вместимостью 250 см³. Фильтр с остатком промывают 100 см³ горячей воды, затем помещают в платиновый тигель, сушат, озоляют и прокаливают в течение 15 мин при температуре 750—800°С. После охлаждения в тигель добавляют 1 г углекислого натрия, 0,5 г борной кислоты, перемешивают и нагревают сначала при температуре 250°С в течение 15 мин, затем в печи при температуре 1000°С до полного сплавления остатка. После охлаждения тигель помещают в стакан, содержащий фильтрат, добавляют 15 см³ соляной кислоты и нагревают до полного выщелачивания плава.

Тигель вынимают из стакана, тщательно обмывают водой, собирая промывные воды в тот же стакан, и выпаривают раствор до объема примерно 60 см³. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

В мерную колбу, вместимостью 100 см³, в зависимости от содержания алюминия в пробе, отбирают аликвотную часть раствора, к которому приливают раствор железа Б, как указано в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Аликвотная часть раствора пробы, см³	Раствор железа Б, см³
От 0,05 до 0,50	Весь раствор	—
Св. 0,50 „ 1,25	40	48
„ 1,25 „ 3,5	10	72

Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Полученный раствор вводят распылением в пламя горелки и измеряют атомную абсорбцию при длине волны 309,3 нм и строго постоянном давлении закиси азота и ацетилена. Одновременно с проведением анализа, в тех же условиях, проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов алюминием, добавляя по 0,01 г железа на каждый массовый процент железа в пробе.

Измерение абсорбции растворов анализируемых проб и раствора контрольного опыта на загрязнение реактивов проводят одновременно, в тех же условиях, что и измерение абсорбции растворов градуировочного графика.

2.3.2. В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см^3 помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора алюминия, что соответствует 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003; 0,004 и и 0,005 г алюминия. В седьмую колбу стандартный раствор не помещают. Во все семь колб приливают по 50 см^3 раствора железа Б и по 20 см^3 раствора фона; доливают до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию как указано в п. 2.3.1.

Градуировочный график строят по найденным значениям абсорбции растворов для соответствующих количеств алюминия, за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,05 до 0,1	0,02
Св. 0,1 » 0,2	0,03
» 0,2 » 0,5	0,05
» 0,5 » 1,0	0,07
» 1,0 » 2,0	0,10
» 2,0 » 3,5	0,15

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Навеску ферросилиция растворяют в смеси азотной и фтористоводородной кислот. Азотную и фтористоводородную кислоты удаляют выпариванием раствора с серной кислотой. Определение заканчивают фотометрическим методом, измеряя оптическую плотность полученного алюминон-алюминиевого комплекса. Мешающее действие трехвалентного железа устраняют восстановлением его аскорбиновой кислотой.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1.

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

Аскорбиновая кислота пищевая по ГОСТ 4815—76, свежеприготовленный 2%-ный раствор.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 4 и 1 : 100.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1 : 1.

Железо карбонильное, не содержащее алюминия.

Железо азотнокислое: 5 г металлического железа, не содержащего алюминия, растворяют в 100 см^3 разбавленной азотной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация железа в растворе равна 0,01 г/см^3.

Алюминон (аммонийная соль ауринтрикарбоновой кислоты) по ГОСТ 9859—74, 0,10%-ный раствор, готовят за сутки до применения и хранят не более 10 сут.

Буферный раствор с pH 4,7: к 3 см^3 ледяной уксусной кислоты прибавляют 6,8 г уксуснокислого натрия и разбавляют водой до 1 дм^3.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 0,5 г металлического алюминия растворяют в 100 см^3 соляной кислоты (1 : 1). После растворения прибавляют пять капель азотной кислоты, кипятят 2 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

В качестве рабочего раствора применяют раствор Б.

Раствор Б: пипеткой отбирают 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе равна 0,0001 г/см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску ферросилиция массой 0,2 г (при массовой доле алюминия до 0,1%) и 0,1 г (при массовой доле алюминия свыше 0,1%) помещают в платиновую чашку, смачивают водой, осторожно приливают 5 см³ фтористоводородной кислоты, а затем по каплям азотную кислоту до прекращения растворения и еще 5 см³ в избыток.

Чашку с раствором помещают на плиту, полностью растворяют навеску при нагревании, приливают 5 см³ разбавленной серной кислоты и выпаривают раствор досуха (до полного удаления паров серного ангидрида).

После охлаждения в чашку приливают 20 см³ соляной кислоты (1 : 1), 30 см³ теплой воды и растворяют соли при нагревании.

Раствор фильтруют через плотный фильтр с небольшим количеством беззольной бумажной массы. Осадок количественно переносят на фильтр и промывают его 5—6 раз горячей соляной кислотой (1 : 100), собирая фильтрат и промывные воды в коническую колбу вместимостью 250 см³.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 700—800°С до полного выгорания углерода. Осадок в тигле сплавляют с 3 г пиросернокислого калия при 700—800°С в течение 10 мин, плав охлаждают и выщелачивают в 50 см³ горячей воды. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности и промывают 5—6 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в коническую колбу, в которой находится основной раствор.

Раствор выпаривают до 30—50 см³, охлаждают и, в зависимости от содержания алюминия (см. табл. 3), переносят в мерную колбу вместимостью 50, 100 или 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Массовая доля алюминия, %	Разбавление раствора, см³	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,05 до 0,3	50	5
Св. 0,3 „ 0,6	100	5
„ 0,6 „ 1,0	200	5

В две мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора, как указано в табл. 3, приливают по 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты и перемешивают.

В колбы добавляют по 10 см³ воды и растворы нейтрализуют разбавленным аммиаком на pH-метре до pH 4,7 или визуально до сиреневого или светло-коричневого цвета раствора. Затем, при взбалтывании, прибавляют по каплям соляную кислоту (1 : 4) до обесцвечивания раствора, по 30 см³ буферного раствора, по 20 см³ воды и перемешивают.

В одну из мерных колб прибавляют 2 см³ раствора алюминона, разбавляют буферным раствором до метки, перемешивают и через 40 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на спектрофотометре при длине волны 530 нм или фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром.

В качестве раствора сравнения применяют вторую аликвотную часть раствора с добавлением всех применяемых реактивов за исключением раствора алюминона.

Содержание алюминия (с учетом контрольного опыта) находят по градуировочному графику или методом сравнения по стандартным образцам, близким по составу к анализируемой пробе и проведенным через все стадии анализа.

3.3.2. *Построение градуировочного графика при массовой доле алюминия от 0,05 до 0,30%.*

В четыре платиновые чашки помещают 1, 2, 3, 4 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004 г алюминия.

Растворы выпаривают досуха. К сухим остаткам приливают по 5 см³ раствора азотнокислого железа, по 10 см³ фтористоводородной и азотной кислот, по 5 см³ разбавленной серной кислоты и выпаривают досуха (до полного удаления паров серного ангидрида). После охлаждения в чашки приливают по 20 см³ соляной кислоты (1 : 1), по 30 см³ теплой воды и растворяют соли при нагревании.

Далее анализ проводят как указано в п. 3.3.

В качестве раствора сравнения применяют аликвотную часть раствора контрольного опыта с добавлением всех применяемых реактивов за исключением раствора алюминона.

По найденным значениям оптических плотностей (с учетом поправки контрольного опыта) и соответствующим им концентрациям алюминия строят градуировочный график.

3.3.3. *Построение градуировочного графика при массовой доле алюминия свыше 0,3 до 0,6%*

В четыре платиновые чашки помещают 3, 4, 5 и 6 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0003; 0,0004; 0,0005 и 0,0006 г алюминия. Растворы выпаривают досуха. К сухим остат-

кам приливают по 5 см³ раствора азотнокислого железа, по 10 см³ фтористоводородной и азотной кислот, по 5 см³ разбавленной серной кислоты и выпаривают досуха (до полного удаления паров серного ангидрида). После охлаждения в чашки приливают по 20 см³ соляной кислоты (1 : 1), по 30 см³ теплой воды и растворяют соли при нагревании. Далее анализ ведут как указано в п. 3.3.

В качестве раствора сравнения применяют аликвотную часть раствора контрольного опыта с добавлением всех применяемых реактивов за исключением раствора алюминона.

По найденным значениям оптических плотностей (с учетом поправки контрольного опыта) и соответствующим им концентрациям алюминия строят градуировочный график.

3.3.4. *Построение градуировочного графика при массовой доле алюминия свыше 0,6 до 1,0%*

В пять платиновых чашек помещают 6, 7, 8, 9 и 10 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0006; 0,0007; 0,0008; 0,0009 и 0,0010 г алюминия. Растворы выпаривают досуха. К сухим остаткам приливают по 5 см³ раствора азотнокислого железа, по 10 см³ фтористоводородной и азотной кислот, по 5 см³ разбавленной серной кислоты и выпаривают досуха (до полного удаления паров серного ангидрида). После охлаждения в чашки приливают по 20 см³ соляной кислоты (1 : 1), по 30 см³ теплой воды и растворяют соли при нагревании.

Далее анализ ведут как указано в п. 3.3.

В качестве раствора сравнения применяют аликвотную часть раствора контрольного опыта с добавлением всех применяемых реактивов за исключением раствора алюминона.

По найденным значениям оптических плотностей (с учетом поправки контрольного опыта) и соответствующим им концентрациям алюминия строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Массовую долю алюминия (X_3) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m \cdot (D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где m — массовая доля алюминия в стандартном образце, %;
D — оптическая плотность раствора анализируемой пробы;
D_1 — оптическая плотность раствора стандартного образца;
D_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта на загрязнение реактивов.

3.4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

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 предварительно отделяют в виде гидроокиси металла при помощи раствора гидроокиси натрия.

4.2. Реактивы и растворы

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор с массовой концентрацией железа 10 мг/см^3.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328—77, 25%-ный раствор, хранят в полиэтиленовой бутыли.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Алюминий хлористый, стандартный раствор: 1 г металлического алюминия растворяют при нагревании в 50 см^3 соляной кислоты (1 : 1), окисляют 4—5 каплями азотной кислоты, кипятят, охлаждают и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки, перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе равна 0,0010 г/см³.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, 4%-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Буферный раствор pH 5,5—5,8: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1 дм³ воды, добавляют около 30 см³ ледяной уксусной кислоты и перемешивают.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор: 0,1 г ксиленолового оранжевого растирают с 10 г хлористого натрия.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, спиртовой 0,1%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией 0,0125 моль/дм³: 4,6530 г трилона Б растворяют в 300 см³ воды в присутствии нескольких капель аммиака. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Фильтр промывают 2—3 раза водой, колбу доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой бутыли.

Цинк гранулированный по ГОСТ 989—75. Раствор с молярной концентрацией 0,0125 моль/дм³: 0,8175 г цинка растворяют в 20 см³ соляной кислоты, выпаривают раствор до получения влажных солей, приливают 100 см³ воды и растворяют соли. Затем приливают 25 см³ буферной смеси, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора 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 с добавлением раствора железа. Количество добавляемого железа должно приблизительно соответствовать массовой доле железа в анализируемой пробе.

4.3. Проведение анализа

Навеску ферросилиция массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, осторожно приливают 10 см³ фтористоводородной кислоты, а затем по каплям азотную кислоту до прекращения растворения навески и сверх этого приливают еще 10 см³ в избыток.

Чашку с раствором помещают на плиту, полностью растворяют навеску при нагревании, выпаривают до 10 см³, после чего приливают 5 см³ разбавленной серной кислоты и выпаривают содержимое чашки досуха (до полного удаления паров серного ангидрида).

После охлаждения в чашку приливают 20 см³ соляной кислоты (1 : 1), 30 см³ горячей воды и растворяют соли при нагревании.

Раствор фильтруют через плотный фильтр в присутствии небольшого количества беззольной бумажной массы.

Осадок переносят на фильтр и промывают его 5—6 раз горячей соляной кислотой (1 : 100), собирая фильтрат и промывные воды в коническую колбу вместимостью 250 см³, фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 700—800°С до полного выгорания углерода. Осадок 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 и выпаривают его примерно до 100 см³.

Раствор предварительно нейтрализуют раствором гидроокиси натрия с массовой долей 25% до начала выпадения гидроокиси железа, после чего тонкой струйкой, при перемешивании, переливают в стакан вместимостью 400 см³, в котором находится 50 см³ горячего раствора гидроокиси натрия, кипятят 3—4 мин и охлаждают.

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

Аликвотную часть 200 см³ (при массовой доле алюминия от 0,50 до 2,0%) или 100 см³ (при массовой доле алюминия свыше 2,0%) отфильтрованного анализируемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают точно 30 см³ раствора трилона Б.

Избыток щелочи в присутствии 2—3 капель фенолфталеина нейтрализуют соляной кислотой (1 : 1) до изменения окраски раствора, затем приливают 20 см³ буферной смеси и кипятят 2—3 мин.

Раствор охлаждают и избыток трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка в присутствии 50—100 мг смеси ксиленолового оранжевого с хлористым натрием до перехода желтой окраски раствора в красно-фиолетовую.

Затем для связывания алюминия приливают 30 см³ раствора фтористого натрия, кипятят 2—3 мин, охлаждают и выделившийся трилон Б титруют раствором цинка в присутствии дополнительно прибавленного индикатора в количестве приблизительно 50 мг.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю алюминия (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(V - V_1) \cdot C \cdot 100}{m},$$

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, $см^3$;

C — массовая концентрация раствора уксуснокислого цинка по алюминию, $г/см^3$;

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

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Изменение № 1 ГОСТ 13230.7—81 *Ферросилиций. Методы определения общего алюминия*

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.02.87 № 279

Дата введения 01.01.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

Пункт 1.2. Заменить ссылку: ГОСТ 20016—74 на ГОСТ 24991—81.

Пункт 2.2. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3», «0,2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 2 г/дм^3».

Пункты 2.2 (восьмой абзац), 3.2 (тринадцатый абзац). Исключить слова: «не содержащее алюминий».

Пункты 2.2, 3.3.1, 4.3 после слов «платиновом тигле» дополнить словами: «или тигель из стеклоуглерода».

Пункты 2.3.1, 3.3.2, 3.3.4, 4.3 после слов «платиновую чашку» дополнить словами: «или чашку из стеклоуглерода».

(Продолжение см. с. 50)

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции (кроме табл. 2): «2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2».

Пункт 3.2. Заменить слова: «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3», «0,10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3»;

шестой абзац. Исключить слова: «по ГОСТ 4815—76».

Пункт 4.2. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 250 г/дм^3», «4 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 40 г/дм^3», «0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3».

Пункт 4.4.2 изложить в новой редакции: «4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2».

(ИУС № 5 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru