УДК 669.26:546.621.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

Методы определения общего алюминия

Metallic chrome.
Methods for determination of total aluminium

ГОСТ 13020.6—85

(СТ СЭВ 4513—84)

Взамен ГОСТ 13020.6—75

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1414 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический и атомно-абсорбционный методы определения общего алюминия в металлическом хроме (при массовой доле алюминия от 0,1 до 1,8%).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4513—84.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде стружки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916—79.

2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения алюминия с трилоном Б с последующим разрушением этого соединения фтористым натрием. Эквивалентное количество выделившегося трилона Б титруют раствором соли цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого. Мешающие определению алюминия элементы отделяют гидроксидом натрия.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

2.2. 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 хлорная, 42 или 57%-ный раствор.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Натрий пиросернокислый по ГОСТ 18344—78.

Водорода перекись по ГОСТ 177—77.

Железо треххлористое по ГОСТ 4147—74, 5%-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 25%-ный раствор. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

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

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

Натрий хлористый.

Ксиленоловый оранжевый, индикаторная смесь: 0,1 г ксиленолового оранжевого тщательно растирают с 10 г хлористого натрия.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

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

Алюминий металлический.

Стандартный раствор алюминия: 1,0000 г алюминия растворяют в 50 $см^3$ соляной кислоты (1:1). Затем раствор охлаждают, приливают 200 $см^3$ воды, растворяют соли и переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, после чего доливают до метки водой и перемешивают.

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

Цинк металлический.

Раствор цинка молярной концентрацией 0,0125 моль/$дм^3$: 0,8175 г цинка растворяют в 20 $см^3$ соляной кислоты (1:1), выпаривают раствор до влажных солей, приливают 100 $см^3$ воды и растворяют соли при нагревании. Охлаждают, добавляют 25 $см^3$ бу-

ферного раствора, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора цинка по алюминию, выраженную в граммах на кубический сантиметр, определяют по стандартному раствору алюминия, проведенному через все стадии анализа. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают стандартный раствор алюминия в количестве, соответствующем содержанию алюминия в анализируемой пробе, приливают 50 см^3 соляной кислоты (1:1), затем раствор окисляют несколькими каплями азотной кислоты, добавляют 50 см^3 хлорной кислоты и выпаривают до появления паров хлорной кислоты, охлаждают. Соли растворяют в 100 см^3 воды, прибавляют 2 г борной кислоты, 10 см^3 раствора трехххлористого железа.

Раствор предварительно нейтрализуют раствором гидроокиси натрия и далее поступают, как указано в п. 2.3.

Массовую концентрацию раствора цинка по алюминию (c), выраженную в граммах на кубический сантиметр, вычисляют по формуле

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

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

V — объем раствора цинка, израсходованный при втором титровании, см^3;

V_1 — объем раствора цинка, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3.

2.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 1,0 г при массовой доле алюминия до 0,5 % и 0,5 г при массовой доле алюминия свыше 0,5 % помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 50 см^3 соляной кислоты (1:1). Затем раствор окисляют несколькими каплями азотной кислоты, добавляют 50 см^3 хлорной кислоты и выпаривают до появления паров хлорной кислоты и окисления хрома.

Для удаления основной массы хрома прибавляют по каплям соляную кислоту и отгоняют хром в виде красно-бурых паров хлористого хромила. Выпаривание до паров хлорной кислоты и отгонку хрома соляной кислотой повторяют несколько раз до прекращения выделения паров хлористого хромила.

После охлаждения к раствору приливают 100 см^3 воды, нагревают до растворения солей и фильтруют через плотный фильтр, собирая фильтрат и промывную жидкость в стакан вместимостью 400—500 см^3. Фильтр промывают 10—12 раз горячей соляной кислотой (1:100) и 2 раза водой. Затем фильтр с остатком помещают

в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при температуре 650 °С.

Охладив тигель, остаток смачивают 1—2 каплями воды, прибавляют 2—3 капли раствора серной кислоты, 4—5 см³ раствора фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха.

Остаток в тигле прокаливают при 650 °С и после охлаждения в течение 5 мин сплавляют с 2—3 г пиросернокислого натрия при температуре 700 °С.

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

К объединенному раствору добавляют 2—3 капли раствора перекиси водорода, 2 г борной кислоты, 10 см³ раствора треххлористого железа и выпаривают примерно до 100 см³.

Раствор предварительно нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до начала выпадения гидроокиси железа, после чего раствор тонкой струйкой, перемешивая, переливают в кварцевый или пластмассовый (тефлоновый или фторпластовый) стакан вместимостью 400—500 см³, где находится 40 см³ горячего раствора гидроокиси натрия, кипятят 3—4 мин и охлаждают.

Раствор с осадком переливают 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.

Аликвотную часть 200 см³ отфильтрованного анализируемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ и приливают из бюретки 30—40 см³ раствора трилона Б.

Избыток раствора гидроокиси натрия нейтрализуют соляной кислотой (1:1) в присутствии 2—3 капель раствора фенолфталеина до исчезновения окраски раствора, затем приливают 20 см³ буферного раствора и кипятят 2—3 мин.

Значение pH раствора должно быть 5,5—5,8.

Раствор охлаждают и избыток трилона Б оттитровывают раствором цинка в присутствии 50—100 мг индикаторной смеси до перехода желтой окраски раствора в красно-фиолетовую. Затем для связывания алюминия во фторид 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.

2.4. Обработка результатов

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

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

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

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

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

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

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,10 до 0,20 включ	0,03
Св. 0,20 » 0,50 »	0,04
» 0,5 » 1,0 »	0,06
» 1,0 » 1,8 »	0,08

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на распылении раствора в пламя закись азота—ацетилен и измерении атомной абсорбции алюминия при длине волны 309,3 нм с предварительным растворением навески пробы металлического хрома в соляной и хлорной кислотах.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Баллон с ацетиленом.

Баллон с закисью азота.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота хлорная, 42 или 57 %-ный раствор.

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

Смесь для сплавления: натрий углекислый безводный и натрий тетраборнокислый безводный в соотношении 2:1.

Железо карбонильное.

Железо (III) хлористое, раствор: 1,5 г железа помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 50 см³ соляной кислоты, прикрыв колбу часовым стеклом. После растворения навески раствор окисляют азотной кислотой, приливая ее по каплям до прекращения вспенивания, и нагревают до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор фона: 0,1100 г железа растворяют в 70 см³ соляной кислоты в конической колбе вместимостью 500 см³ при слабом нагревании, прикрыв колбу часовым стеклом.

После растворения навески раствор окисляют азотной кислотой, приливая ее по каплям до прекращения вспенивания раствора, и нагревают до удаления окислов азота, а затем приливают 200 см³ теплой воды. Прибавляют 14,5 г смеси для сплавления и после растворения солей полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Никель хлористый, 0,2 %-ный раствор или ртуть металлическая.

Алюминий металлический.

Стандартный раствор алюминия: 0,2000 г алюминия растворяют в 30 см³ соляной кислоты (1:1) в присутствии 1 см³ раствора хлористого никеля или одной капли ртути при отсутствии хлористого никеля, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе равна 0,0002 г/см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют при нагревании в 30 см³ соляной кислоты. Затем прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора.

Раствор охлаждают, прибавляют 30 см³ хлорной кислоты, стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до появления паров хлорной кислоты и образования солей шестивалентного хрома красновато-оранжевого цвета.

Для удаления основной массы хрома прибавляют по каплям соляную кислоту и отгоняют хром в виде красно-бурых паров хлористого хромила. Выпаривание до выделения паров хлорной кислоты и отгонку хрома соляной кислотой повторяют несколько раз до прекращения выделения паров хлористого хромила. Раствор выпаривают до влажных солей, содержимое стакана охлаждают, добавляют 10 см³ соляной кислоты (1:1), 40 см³ воды и растворяют соли при нагревании.

Остаток отфильтровывают на плотный фильтр в присутствии небольшого количества фильтробумажной массы, промывают 6—8 раз горячей соляной кислотой (1:100) и в конце 2—3 раза горячей водой. Фильтрат сохраняют.

Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при температуре 600—700 °С. Охладив тигель, остаток смачивают 1—2 каплями воды, прибавляют 3—4 капли раствора серной кислоты, 4—5 см³ раствора фтористоводородной кислоты, выпаривают досуха, затем прокаливают при температуре 600—700 °С, прибавляют 1 г смеси для сплавления и сплавляют при температуре 800—900 °С в течение 10—15 мин. Плав выщела-

чивают в кислотном фильтрате при слабом нагревании. Затем тигель вынимают из стакана, тщательно обмывают водой, собирая промывную жидкость в тот же стакан, и выпаривают раствор до объема 30—35 см³. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Объем аликвотной части раствора пробы, см³	Масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г	Объем раствора фона, см³
От 0,1 до 0,4 включ.	Весь раствор	0,5	—
Св. 0,4 » 0,8 »	25	0,25	17,5
» 0,8 » 1,8 »	15	0,15	24,0

При массовой доле алюминия свыше 0,4 % в мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть раствора пробы и раствор фона согласно табл. 2, доливают до метки водой и перемешивают.

3.3.2. Раствор контрольного опыта готовят следующим образом: 5 см³ раствора хлористого железа (III) помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 30 см³ соляной кислоты и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. *Построение градуировочного графика*

В пять из шести мерных колб вместимостью по 50 см³ наливают 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 и 15,0 см³ стандартного раствора алюминия, что соответствует 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002 и 0,003 г алюминия.

Во все шесть колб добавляют по 35 см³ раствора фона, доливают до метки водой и перемешивают.

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

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

После вычитания значения абсорбции раствора контрольного опыта из значения атомной абсорбции растворов пробы находят концентрацию алюминия в растворе пробы по градуировочному графику или методом сравнения по стандартному образцу металлического хрома, близкому по составу к анализируемой пробе и проведенному через весь ход анализа.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{c \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где c — концентрация алюминия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем раствора пробы или его аликвотной части, см^3;

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

3.4.2. Массовую долю алюминия (X_1) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot (D - D_2)}{(D_1 - D_2)},$$

где C · — массовая доля алюминия в стандартном образце, %;

D — оптическая плотность анализируемого раствора металлического хрома;

D_1 — оптическая плотность раствора стандартного образца;

D_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта.

3.4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

gost.e-ecolog.ru