

ФЕРРОВАНАДИИ

ГОСТ

Методы определения общего алюминия

13217.7—90

Ferrovanadium.

Methods for determination of total aluminium

(СТ СЭВ
1209—89)

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический и атомно-абсорбционный методы определения общего алюминия в феррованадии при массовой доле его от 0,1 до 4,0%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27349.
1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 26201.

2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения алюминия с натриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) с последующим разрушением этого соединения фторидом натрия. Эквивалентное количество выделившегося трилона Б титруют раствором соли цинка в присутствии индикатора ксиленового оранжевого. От сопутствующих элементов алюминий отделяют в виде криолита (фторалюмината натрия) или хлоридом бария в щелочном растворе.

2.2. Реактивы и растворы

- Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 1:1 и 1:20.
Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 1:1.
Кислота серная по ГОСТ 4204—82 и растворы 1:1 и 1:100.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.
Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

251-95
40

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Калий пироксерноокислый по ГОСТ 7172.

Водорода перекись по ГОСТ 177, раствор 1 : 2.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³. Хранят в посуде из полиэтилена.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 9264, раствор с массовой концентрацией: 400 г/дм³.

Аммоний щавелевокислый 1-водный по ГОСТ 5712, насыщенный раствор: 50 г щавелевокислого аммония растворяют в 1 дм³ воды при температуре 40—50 °С и охлаждают.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Комплексообразователь: смешивают один объем раствора лимоннокислого аммония с одним объемом раствора щавелевокислого аммония.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, растворы с массовой концентрацией 5 и 35 г/дм³. Хранят в посуде из полиэтилена.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³.

Железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147, раствор, содержащий примерно 5 г/дм³ железа: 24,1 г треххлористого железа растворяют в 500 см³ раствора соляной кислоты 1 : 20, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Буферный раствор с рН от 5,5 до 5,8: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1 дм³ воды, приливают 30 см³ уксусной кислоты и перемешивают.

Раствор для промывания: к 1 дм³ раствора фторида натрия 5 г/дм³ добавляют 1 см³ раствора серной кислоты 1 : 1. Хранят в посуде из полиэтилена.

Фенолфталеин, спиртовой раствор 1 г/дм³.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор.

Индикаторная смесь: 1 г ксиленолового оранжевого растирают с 100 г хлорида натрия.

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

Алюминий металлический по ГОСТ 11069.

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

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

Соль диазриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, растворы с молярной концентрацией эквивалента 0,01 и 0,02 моль/дм³: 3,72 или 7,44 г трилона Б соответственно растворяют в 300 см³ воды в присутствии нескольких капель аммиака. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³, фильтр промывают 2—3 раза водой и отбрасывают. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Хранят раствор в полиэтиленовой посуде.

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

Растворы цинка с молярной концентрацией эквивалента 0,01 и 0,02 моль/дм³:

0,65 или 1,31 г цинка соответственно растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, выпаривают раствор до влажных солей, приливают 100 см³ воды и растворяют соли при нагревании. После охлаждения приливают 25 см³ буферного раствора, затем переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают или:

2,19 или 4,39 г ацетата цинка соответственно растворяют в 500 см³ воды и затем приливают 25 см³ буферного раствора. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора цинка устанавливают по стандартному раствору алюминия, проведенному через все стадии анализа, с добавлением раствора треххлористого железа. Количество добавляемого железа приблизительно должно соответствовать содержанию железа в анализируемой пробе.

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

$$c = \frac{c_1 \cdot V}{V_1 - V_2}, \quad (1)$$

где c_1 — массовая концентрация стандартного раствора алюминия, г/см³;

V — объем аликвотной части стандартного раствора алюминия, взятый для титрования, см³;

V_1 — объем раствора цинка, израсходованный при втором титровании, см³;

V_2 — объем раствора цинка, израсходованный при втором титровании раствора контрольного опыта, см³.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Отделение алюминия в виде криолита

2.3.1.1. Навеску пробы, отобранную согласно табл. 1, помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 15 см³ раствора азотной кислоты.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Масса навески пробы, г	Масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г	Концентрация титранта, моль/дм ³
От 0,1 до 0,7 включ.	1,0	0,8	0,01
Са 0,7 > 1,5 >	0,5	0,4	0,01
> 1,5 > 3,0 >	0,5	0,4	0,02
> 3,0 > 4,0 >	0,25	0,2	0,02

После растворения навески прибавляют 10—20 см³ раствора серной кислоты 1:1 и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты.

Содержимое колбы или стакана охлаждают, приливают 80 см³ воды и растворяют соли при нагревании. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности с небольшим количеством беззольной фильтробумажной массы. Осадок на фильтре промывают 6—8 раз горячим раствором серной кислоты 1:100. Фильтрат сохраняют (основной раствор).

Фильтр с осадком кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 700—800 °С. К охлажденному осадку прибавляют 2—3 капли воды, 3—4 капли раствора серной кислоты 1:1, 2—3 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Остаток прокаливают в течение 5—10 мин при температуре 700—800 °С и доплавляют с 2 г пиросульфата калия при температуре 700—750 °С. Тигель охлаждают, плав выщелачивают в 50 см³ горячей воды и присоединяют к основному раствору.

Охлажденный раствор объемом около 150 см³ нейтрализуют аммиаком до начала выпадения гидроксидов и дают постоять 2—3 мин.

Если гидроксиды растворяются, то еще по каплям добавляют аммиак до выпадения гидроксидов. Затем добавляют 10—11 капель раствора серной кислоты 1:1 (рН раствора должен быть примерно 4, контроль по индикаторной бумаге).

Раствор охлаждают под струей проточной воды, приливают 30 см³ комплексообразователя и перемешивают в течение 1—2 мин (рН раствора должен быть примерно 3). Приливают 80 см³ раствора фторида натрия 35 г/дм³, энергично перемешивают в течение 5 мин, после чего выпавшему осадку криолита дают отстояться не менее 1 ч.

Осадок количественно переносят на плотный фильтр с небольшим количеством беззольной фильтробумажной массы и промывают 8—10 раз холодной промывным раствором и два раза холодной водой.