

НИИРП и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

ФЕРРОСИЛИКОЦИРКОНИЙ

Метод определения алюминия

Ferrosilicozirconium. Method for
determination of aluminiumГОСТ
17001.8—85Взамен
ГОСТ 17001.8—71

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 ноября
1986 г. № 3512 срок действия установлен

с 01.01.88
до 01.01.98

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический метод определения алюминия в ферросиликоцирконии при массовой доле его от 1,0 до 12,0%.

Метод основан на образовании комплексного соединения алюминия с диатриевой 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 и цирконий предварительно отделяют в виде гидроксидов при помощи гидроксида натрия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и с молярной концентрацией 0,5 моль/дм³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.



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

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

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Калий пиросерникоксидный по ГОСТ 7172—76.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³; хранить в полиэтиленовой посуде.

Натрия перекись.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, раствор с массовой концентрацией 35 г/дм³; хранить в полиэтиленовой посуде.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Буферный раствор рН 5,5—5,8: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1 дм³ воды, добавляют 30 см³ уксусной кислоты и перемешивают (контроль по рН-метру).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, спиртовой раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см³.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Ксиленоловый оранжевый.

Смесь индикаторная: 0,1 г ксиленолового оранжевого тщательно растирают с 10 г хлористого натрия.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Цирконил азотнокислый.

Стандартный раствор циркония: 58,59 г азотнокислого циркония растворяют в 250 см³ азотной кислоты с молярной концентрацией 0,5 моль/дм³, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают этой же кислотой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация циркония в растворе равна 0,020 г/см³.

Алюминий первичный по ГОСТ 11069—74.

Стандартный раствор алюминия: 1,0000 г алюминия помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 50 см³ соляной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, осторожно приливают 20 см³ раствора серной кислоты и выпаривают до выделения паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 2—3 мин и вновь охлаждают. Обмывают стенки колбы водой и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Соль динатриевая этилендиамина — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм³: 9,306 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 и отбрасывают. Раствор доливают до метки водой и перемешивают; хранить в полиэтиленовой посуде.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823—78, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм³; 5,5 г цинка уксуснокислого растворяют в 100 см³ воды, добавляют 2 см³ уксусной кислоты и разбавляют водой до 1 дм³.

Массовую концентрацию раствора уксуснокислого 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.

Для этого в платиновую чашку помещают стандартные растворы алюминия и циркония в количествах, соответствующих содержанию алюминия и циркония в анализируемой пробе и проводят через весь ход анализа.

Массовую концентрацию раствора уксуснокислого цинка по алюминию, выраженную в г/см³, вычисляют по формуле

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

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

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

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. При кислотном разложении навеску ферросиликоциркония массой 0,5 г помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, приливают 5 см³ воды, 5 см³ азотной кислоты, а затем по каплям добавляют фтористоводородную кислоту до растворения основной массы навески, прикрыв чашку крышкой из пластмассы, и еще 5 см³ фтористоводородной кислоты в избыток. Затем нагревают до полного растворения навески, приливают 10 см³ разбавленной серной кислоты и выпаривают содержимое чашки досуха. Охлаждают, стенки чашки обмывают водой и вновь выпаривают досуха.

После охлаждения в чашку приливают 20 см³ раствора соляной кислоты (1:1), нагревают и содержимое чашки переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³. Чашку обмывают несколько раз горячей водой, собирая промывные воды в ту же