

## 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 хrome (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 кислородного оранжевого. Мешающие определению алюминия элементы отделяют гидроксидом натрия.

281-95  
4

## 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 пироксерникоксидный 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<sup>3</sup> воды, добавляют 30 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>: 4,6530 г трилона Б растворяют в 300 см<sup>3</sup> воды в присутствии нескольких капель аммиака, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1). Затем раствор охлаждают, приливают 200 см<sup>3</sup> воды, растворяют соли и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, после чего доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе равна 0,001 г/см<sup>3</sup>.

Цинк металлический.

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

ферного раствора, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> помещают стандартный раствор алюминия в количестве, соответствующем содержанию алюминия в анализируемой пробе, приливают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), затем раствор окисляют несколькими каплями азотной кислоты, добавляют 50 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и выпаривают до появления паров хлорной кислоты, охлаждают. Соли растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 2 г борной кислоты, 10 см<sup>3</sup> раствора треххлористого 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<sup>3</sup>;

*V*<sub>1</sub> — объем раствора цинка, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>.

### 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<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1). Затем раствор окисляют несколькими каплями азотной кислоты, добавляют 50 см<sup>3</sup> 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 хромилла. Выпаривание до паров хлорной кислоты и отгонку хрома соляной кислотой повторяют несколько раз до прекращения выделения паров хлористого хромилла.

После охлаждения к раствору приливают 100 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей и фильтруют через плотный фильтр, собирая фильтрат и промывную жидкость в стакан вместимостью 400—500 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup> 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 пироксерникового натрия при температуре 700 °С.

Плав растворяют в 50 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора треххлористого железа и выпаривают примерно до 100 см<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup>, где находится 40 см<sup>3</sup> горячего раствора гидроокиси натрия, кипятят 3—4 мин и охлаждают.

Раствор с осадком переливают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу и отбрасывают первые порции фильтрата.

Аликвотную часть 200 см<sup>3</sup> отфильтрованного анализируемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и приливают из бюретки 30—40 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> буферного раствора и кипятят 2—3 мин.

Значение рН 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 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;