

**ФЕРРОНИОБИЙ**

Метод определения алюминия

Ferri-niobium. Method for determination  
of aluminium

ГОСТ

15933.7—90

ОКСТУ 08 09

Срок действия с 01.07.91  
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает комплексометрический метод определения алюминия в феррониобии при массовой доле его от 0,5 до 7%.

Метод основан на образовании комплексного соединения алюминия с динатриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилоном Б) и обратном титровании избытка трилона Б раствором цинка в присутствии индикатора кислого оранжевого. Алюминий отделяют от мешающих элементов сплавлением с пероксидом натрия с последующим выщелачиванием плава раствором хлористого натрия.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,08 мм по ГОСТ 20515.

**2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Натрия пероксид.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233 и насыщенный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.



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 (контроль по pH-метру).

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

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>.

Ксиленоловый оранжевый.

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

Железо карбонильное.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм<sup>3</sup>; раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Алюминий металлический.

Стандартный раствор алюминия: 1,0000 г алюминия растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с добавлением 4—5 капель азотной кислоты. Раствор кипятят до удаления оксидов азота. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 5,49 г уксуснокислого цинка растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 25 см<sup>3</sup> буферного раствора. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Соль динатриевая этилендиамина — *N, N, N', N'*-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 9,31 г трилона Б растворяют в 300 см<sup>3</sup> воды. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>. Фильтр промывают 2—3 раза водой и отбрасывают. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора трилона Б, выраженную в г/см<sup>3</sup> алюминия, устанавливают по стандартному образцу, близкому по составу к анализируемой пробе и проведенному через все стадии анализа, или по стандартному раствору алюминия, проведенному через все стадии анализа.

Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают навеску карбонильного железа и стандартный раствор алюминия в количествах, соответствующих содержанию железа и алюминия в анализируемой пробе, приливают 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, растворяют при нагревании, затем добавляют 3—4 капли азотной кислоты и кипятят 2—3 мин. Затем раствор охлаждают и добавляют 100 см<sup>3</sup> воды. Раствор нейтрализуют раствором гидроксида натрия до начала выпадения гидроксида железа. После чего раствор тонкой струей, перемешивая, переносит

вают в кварцевый или фторпластовый стакан вместимостью 400—500 см<sup>3</sup>, в котором находится 40 см<sup>3</sup> горячего раствора гидроксида натрия, кипятят 3—4 мин и охлаждают.

Раствор с осадком переносят 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. Далее поступают, как указано в п. 3.2.

Массовую концентрацию ( $C$ ) раствора трилона Б, выраженную в г/см<sup>3</sup> алюминия, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V - V_1 \cdot K},$$

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

$V$  — объем раствора трилона Б, добавленный к анализируемому раствору, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б, см<sup>3</sup>;

$K$  — соотношение растворов трилона Б и уксуснокислого цинка.

Для установки соотношения растворов трилона Б и уксуснокислого цинка отбирают аликвотную часть контрольного опыта 200,0 см<sup>3</sup>, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают из бюретки 30,0 см<sup>3</sup> раствора трилона Б и нейтрализуют избыток гидроксида натрия в присутствии 2—3 капель фенолфталеина раствором соляной кислоты до исчезновения малиновой окраски раствора. Затем приливают 15 см<sup>3</sup> буферного раствора и нагревают до кипения. После чего охлаждают, прибавляют 50—100 мг индикаторной смеси и избыток трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка до перехода желтой окраски раствора в красно-малиновую. Соотношение растворов трилона Б и уксуснокислого цинка вычисляют по формуле

$$K = \frac{V}{V_1},$$

где  $V$  — объем раствора трилона Б, добавленный в раствор контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б в контрольном опыте, см<sup>3</sup>.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы, отобранную согласно табл. 1, помещают в железный тигель, прибавляют 5—6 г пероксида натрия, 1—2 г натрия углекислого, перемешивают стеклянной палочкой, засыпа-

ют сверху небольшим количеством пероксида натрия и сплавляют при температуре 650—700 °С.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Масса навески, г
От 0,5 до 2 включ.	1,0
Св. 2 « 4 »	0,5
« 4 « 7 »	0,25

Охлажденный плав выщелачивают в 100 см<sup>3</sup> насыщенного раствора хлористого натрия в стакане из фторпласта вместимостью 300—400 см<sup>3</sup>. Затем тигель вынимают из стакана и обмывают его водой. Стакан ставят на плиту и кипятят до разрушения пероксида натрия. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу. Первые порции фильтрата отбрасывают.

3.2. Аликвотную часть раствора 200,0 см<sup>3</sup> помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают из бюретки 30,0 см<sup>3</sup> раствора трилона Б и нейтрализуют раствором соляной кислоты в присутствии фенолфталеина до исчезновения малиновой окраски. К раствору прибавляют 15 см<sup>3</sup> буферного раствора и нагревают до кипения. Затем раствор охлаждают и прибавляют 50—100 мг индикаторной смеси. Избыток трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка до перехода желтой окраски раствора в красно-малиновую.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где  $C$  — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см<sup>3</sup> алюминия;

$V$  — объем раствора трилона Б, добавленный к раствору пробы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б, см<sup>3</sup>;

$K$  — соотношение растворов трилона Б и уксуснокислого цинка;

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

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли алюминия приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		результатов двух анализов	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 0,5 до 1,0 включ.	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03
Св 1,0 » 2 »	0,07	0,09	0,08	0,09	0,05
> 2 » 5 »	0,11	0,14	0,12	0,14	0,07
> 5 » 7 »	0,16	0,20	0,17	0,20	0,11

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР  
РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, С. И. Ахманаев, В. П. Глухова, Г. И. Гусева

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 791

3. Срок первой проверки — 1 кв. 2000 г.  
Периодичность проверки — 5 лет

## 4. ВЗАМЕН ГОСТ 15933.7—70

## 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 83—79	2
ГОСТ 3117—77	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 5962—79	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 20515—75	1,2
ГОСТ 28473—90	1,1