

**ФЕРРОСИЛИЦИЙ****Методы определения общего алюминия**

Ferrosilicon. Methods for the determination of aluminium

**ГОСТ****13230.7—81****[СТ СЭВ 2197—80]**

Взамен

**ГОСТ 13230.7—67**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 июня 1981 г. № 3028 срок действия установлен

с 01.01 1983 г.до 01.01 1988 г.**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает методы определения общего алюминия в ферросилиции: атомно-абсорбционный (при массовой доле алюминия от 0,1 до 3,5%), фотометрический (при массовой доле алюминия от 0,05 до 1,0%) и комплексонометрический (при массовой доле алюминия от 0,5 до 3,5%).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2197—80.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

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

1.2. Отбор проб проводят по ГОСТ 20016—74 со следующим дополнением: лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

**2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД****2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении ферросилиция во фтористоводородной и азотной кислотах, сплавлением нерастворимого остатка с натрием углекислым и борной кислотой с последующим измерением атомной абсорбции алюминия при длине волны 309,3 нм, в пламени закись азота — ацетилен.

Для сохранения идентичных условий атомизации анализируемых растворов и растворов градуировочного графика в последние вводится железо, а также кислоты в соответствующих количествах.



## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота хлорная, плотностью 1,51 или 1,67 г/см<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:9.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Натрий углекислый, безводный по ГОСТ 83—79.

Железо карбонильное, не содержащее алюминий и 1%-ный раствор.

Раствор А: 5 г железа растворяют в 25 см<sup>3</sup> соляной кислоты в стакане вместимостью 400 см<sup>3</sup> при слабом нагревании. Затем приливают 25 см<sup>3</sup> раствора хлорной кислоты и выпаривают до паров хлорной кислоты. После охлаждения приливают 25 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 100 см<sup>3</sup> воды и растворяют соли при нагревании. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор Б: 5 г железа растворяют в 25 см<sup>3</sup> соляной кислоты в стакане вместимостью 400 см<sup>3</sup> при слабом нагревании. После растворения добавляют 25 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и выпаривают раствор до выделения паров хлорной кислоты. Раствор охлаждают. К охлажденному раствору приливают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты и после того, как раствор станет абсолютно прозрачным, добавляют 50 см<sup>3</sup> воды. В платиновом тигле смешивают 5 г натрия углекислого с 2,5 г борной кислоты и сплавляют при температуре 1000°C. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан с раствором, приготовленным вышеописанным способом, и выщелачивают плавы при слабом нагревании. Тигель извлекают из стакана и тщательно обмывают, собирая промывные воды в тот же стакан. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор фона: в платиновом тигле смешивают 5 г натрия углекислого с 2,5 г борной кислоты и сплавляют при температуре 1000°C. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, содержащий 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 15 см<sup>3</sup> раствора хлорной кислоты, 50 см<sup>3</sup> воды, и выщелачивают плавы при слабом нагревании. Тигель извлекают из стакана и тщательно обмывают, собирая промывные воды в тот же стакан. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Ртуть металлическая по ГОСТ 4658—73.

Никель двуххлористый, 6-водный по ГОСТ 4038—79, 0,2%-ный раствор.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74.

Стандартный раствор алюминия: 1 г металлического алюминия растворяют в 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты в присутствии 1 капли ртути металлической или 2 см<sup>3</sup> раствора никеля двуххлористого. Раствор охлаждают, переливают 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>.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску ферросилиция массой 1 г помещают в платиновую чашку, осторожно приливают 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, затем, по каплям, до полного растворения пробы, азотную кислоту и еще 5 см<sup>3</sup> в избыток. Если массовая доля кремния в пробе 65% или более, то к раствору приливают 30 см<sup>3</sup> раствора железа А. Затем приливают 5 см<sup>3</sup> раствора хлорной кислоты и нагревают до появления паров хлорной кислоты. После охлаждения к раствору приливают 30 см<sup>3</sup> разбавленной соляной кислоты и снова нагревают до растворения солей. Нерастворившийся остаток фильтруют на плотный фильтр, собирая фильтрат в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Фильтр с остатком промывают 100 см<sup>3</sup> горячей воды, затем помещают в платиновый тигель, сушат, озоляют и прокаливают в течение 15 мин при температуре 750—800°C. После охлаждения в тигель добавляют 1 г углекислого натрия, 0,5 г борной кислоты, перемешивают и нагревают сначала при температуре 250°C в течение 15 мин, затем в печи при температуре 1000°C до полного сплавления остатка. После охлаждения тигель помещают в стакан, содержащий фильтрат, добавляют 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают до полного выщелачивания плава.

Тигель вынимают из стакана, тщательно обмывают водой, собирая промывные воды в тот же стакан, и выпаривают раствор до объема примерно 60 см<sup>3</sup>. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

В мерную колбу, вместимостью 100 см<sup>3</sup>, в зависимости от содержания алюминия в пробе, отбирают аликвотную часть раствора, к которому приливают раствор железа Б, как указано в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Аликвотная часть раствора пробы, см <sup>3</sup>	Раствор железа Б, см <sup>3</sup>
От 0,05 до 0,50	Весь раствор	—
Св. 0,50 „ 1,25	40	48
„ 1,25 „ 3,5	10	72

Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Полученный раствор вводят распылением в пламя горелки и измеряют атомную абсорбцию при длине волны 309,3 нм и строго постоянном давлении закиси азота и ацетилен. Одновременно с проведением анализа, в тех же условиях, проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов алюминием, добавляя по 0,01 г железа на каждый массовый процент железа в пробе.

Измерение абсорбции растворов анализируемых проб и раствора контрольного опыта на загрязнение реактивов проводят одновременно, в тех же условиях, что и измерение абсорбции растворов градуировочного графика.

2.3.2. В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора алюминия, что соответствует 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003; 0,004 и 0,005 г алюминия. В седьмую колбу стандартный раствор не помещают. Во все семь колб приливают по 50 см<sup>3</sup> раствора железа Б и по 20 см<sup>3</sup> раствора фона; доливают до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию как указано в п. 2.3.1.

Градуировочный график строят по найденным значениям абсорбции растворов для соответствующих количеств алюминия, за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта.

## 2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где  $m$  — масса алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$  — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,05 до 0,1	0,02
Св. 0,1 . 0,2	0,03
. 0,2 . 0,5	0,05
. 0,5 . 1,0	0,07
. 1,0 . 2,0	0,10
. 2,0 . 3,5	0,15

### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

#### 3.1. Сущность метода

Навеску ферросилиция растворяют в смеси азотной и фтористоводородной кислот. Азотную и фтористоводородную кислоты удаляют выпариванием раствора с серной кислотой. Определение заканчивают фотометрическим методом, измеряя оптическую плотность полученного алюминон-алюминиевого комплекса. Мешающее действие трехвалентного железа устраняют восстановлением его аскорбиновой кислотой.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

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

Аскорбиновая кислота пищевая по ГОСТ 4815—76, свежеприготовленный 2%-ный раствор.

Калий пироксернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1, 1:4 и 1:100.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Железо карбонильное, не содержащее алюминия.

Железо азотнокислое: 5 г металлического железа, не содержащего алюминия, растворяют в 100 см<sup>3</sup> разбавленной азотной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация железа в растворе равна 0,01 г/см<sup>3</sup>.

Алюминон (аммонийная соль ауринтрикарбоновой кислоты) по ГОСТ 9859—74, 0,10%-ный раствор, готовят за сутки до применения и хранят не более 10 сут.

Буферный раствор с pH 4,7: к 3 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты прибавляют 6,8 г уксуснокислого натрия и разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 0,5 г металлического алюминия растворяют в 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1). После растворения прибавляют пять капель азотной кислоты, кипятят 2 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

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

В качестве рабочего раствора применяют раствор Б.

Раствор Б: пипеткой отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе равна 0,0001 г/см<sup>3</sup>.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску ферросилиция массой 0,2 г (при массовой доле алюминия до 0,1%) и 0,1 г (при массовой доле алюминия свыше 0,1%) помещают в платиновую чашку, смачивают водой, осторожно приливают 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, а затем по каплям азотную кислоту до прекращения растворения и еще 5 см<sup>3</sup> в избыток.

Чашку с раствором помещают на плиту, полностью растворяют навеску при нагревании, приливают 5 см<sup>3</sup> разбавленной серной кислоты и выпаривают раствор досуха (до полного удаления паров серного ангидрида).

После охлаждения в чашку приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), 30 см<sup>3</sup> теплой воды и растворяют соли при нагревании.

Раствор фильтруют через плотный фильтр с небольшим количеством беззольной бумажной массы. Осадок количественно переносят на фильтр и промывают его 5—6 раз горячей соляной кислотой (1:100), собирая фильтрат и промывные воды в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 700—800°C до полного выгорания углерода. Осадок в тигле сплавляют с 3 г пироксернокислого калия при 700—800°C в течение 10 мин, плав охлаждают и выщелачивают в 50 см<sup>3</sup> горячей воды. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности и промывают 5—6 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в коническую колбу, в которой находится основной раствор.

Раствор выпаривают до 30—50 см<sup>3</sup>, охлаждают и, в зависимости от содержания алюминия (см. табл. 3), переносят в мерную колбу вместимостью 50, 100 или 200 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Т а б л и ц а 3

Массовая доля алюминия, %	Разбавление раствора, см <sup>3</sup>	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>
От 0,05 до 0,3	50	5
Св. 0,3 . 0,6	100	5
. 0,6 . 1,0	200	5

В две мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть раствора, как указано в табл. 3, приливают по 2 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и перемешивают.

В колбы добавляют по 10 см<sup>3</sup> воды и растворы нейтрализуют разбавленным аммиаком на рН-метре до рН 4,7 или визуально до сиреневого или светло-коричневого цвета раствора. Затем, при взбалтывании, прибавляют по каплям соляную кислоту (1:4) до обесцвечивания раствора, по 30 см<sup>3</sup> буферного раствора, по 20 см<sup>3</sup> воды и перемешивают.

В одну из мерных колб прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора алюминона, разбавляют буферным раствором до метки, перемешивают и через 40 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на спектрофотометре при длине волны 530 нм или фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром.

В качестве раствора сравнения применяют вторую аликвотную часть раствора с добавлением всех применяемых реактивов за исключением раствора алюминона.

Содержание алюминия (с учетом контрольного опыта) находят по градуировочному графику или методом сравнения по стандартным образцам, близким по составу к анализируемой пробе и проведенным через все стадии анализа.

### *3.3.2. Построение градуировочного графика при массовой доле алюминия от 0,05 до 0,30%.*

В четыре платиновые чашки помещают 1, 2, 3, 4 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004 г алюминия.

Растворы выпаривают досуха. К сухим остаткам приливают по 5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого железа, по 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной и азотной кислот, по 5 см<sup>3</sup> разбавленной серной кислоты и выпаривают досуха (до полного удаления паров серного ангидрида). После охлаждения в чашки приливают по 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), по 30 см<sup>3</sup> теплой воды и растворяют соли при нагревании.

Далее анализ проводят как указано в п. 3.3.

В качестве раствора сравнения применяют аликвотную часть раствора контрольного опыта с добавлением всех применяемых реактивов за исключением раствора алюминона.

По найденным значениям оптических плотностей (с учетом поправки контрольного опыта) и соответствующим им концентрациям алюминия строят градуировочный график.

### *3.3.3. Построение градуировочного графика при массовой доле алюминия выше 0,3 до 0,6%*

В четыре платиновые чашки помещают 3, 4, 5 и 6 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,0003; 0,0004; 0,0005 и 0,0006 г алюминия. Растворы выпаривают досуха. К сухим остат-

кам приливают по 5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого железа, по 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной и азотной кислот, по 5 см<sup>3</sup> разбавленной серной кислоты и выпаривают досуха (до полного удаления паров серного ангидрида). После охлаждения в чашки приливают по 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), по 30 см<sup>3</sup> теплой воды и растворяют соли при нагревании. Далее анализ ведут как указано в п. 3.3.

В качестве раствора сравнения применяют аликвотную часть раствора контрольного опыта с добавлением всех применяемых реактивов за исключением раствора алюминона.

По найденным значениям оптических плотностей (с учетом поправки контрольного опыта) и соответствующим им концентрациям алюминия строят градуировочный график.

#### 3.3.4. Построение градуировочного графика при массовой доле алюминия свыше 0,6 до 1,0%

В пять платиновых чашек помещают 6, 7, 8, 9 и 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,0006; 0,0007; 0,0008; 0,0009 и 0,0010 г алюминия. Растворы выпаривают досуха. К сухим остаткам приливают по 5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого железа, по 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной и азотной кислот, по 5 см<sup>3</sup> разбавленной серной кислоты и выпаривают досуха (до полного удаления паров серного ангидрида). После охлаждения в чашки приливают по 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), по 30 см<sup>3</sup> теплой воды и растворяют соли при нагревании.

Далее анализ ведут как указано в п. 3.3.

В качестве раствора сравнения применяют аликвотную часть раствора контрольного опыта с добавлением всех применяемых реактивов за исключением раствора алюминона.

По найденным значениям оптических плотностей (с учетом поправки контрольного опыта) и соответствующим им концентрациям алюминия строят градуировочный график.

### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю алюминия ( $X_2$ ) в процентах, определенную методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где  $m$  — масса алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$  — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.



3.4.2. Массовую долю алюминия ( $X_3$ ) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m \cdot (D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где  $m$  — массовая доля алюминия в стандартном образце, %;  
 $D$  — оптическая плотность раствора анализируемой пробы;  
 $D_1$  — оптическая плотность раствора стандартного образца;  
 $D_2$  — оптическая плотность раствора контрольного опыта на загрязнение реактивов.

3.4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

#### 4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

##### 4.1. Сущность метода

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 предварительно отделяют в виде гидроокиси металла при помощи раствора гидроокиси натрия.

##### 4.2. 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 серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Калий пироксернокислый по ГОСТ 7172—76.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор с массовой концентрацией железа 10 мг/см<sup>3</sup>.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328—77, 25%-ный раствор, хранят в полиэтиленовой бутылки.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Алюминий хлористый, стандартный раствор: 1 г металлического алюминия растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), окисляют 4—5 каплями азотной кислоты, кипятят, охлаждают и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки, перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе равна 0,0010 г/см<sup>3</sup>.

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

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Буферный раствор рН 5,5—5,8: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1 дм<sup>3</sup> воды, добавляют около 30 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты и перемешивают.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор: 0,1 г ксиленолового оранжевого растирают с 10 г хлористого натрия.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с 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, колбу доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой бутылки.

Цинк гранулированный по ГОСТ 989—75. Раствор с молярной концентрацией 0,0125 моль/дм<sup>3</sup>: 0,8175 г цинка растворяют в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, выпаривают раствор до получения влажных солей, приливают 100 см<sup>3</sup> воды и растворяют соли. Затем приливают 25 см<sup>3</sup> буферной смеси, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора 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 с добавлением раствора железа. Количество добавляемого железа должно приблизительно соответствовать массовой доле железа в анализируемой пробе.

#### 4.3. Проведение анализа

Навеску ферросилиция массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, осторожно приливают 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, а затем по каплям азотную кислоту до прекращения растворения навески и сверх этого приливают еще 10 см<sup>3</sup> в избыток.

Чашку с раствором помещают на плиту, полностью растворяют навеску при нагревании, выпаривают до 10 см<sup>3</sup>, после чего приливают 5 см<sup>3</sup> разбавленной серной кислоты и выпаривают содержимое чашки досуха (до полного удаления паров серного ангидрида).

После охлаждения в чашку приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), 30 см<sup>3</sup> горячей воды и растворяют соли при нагревании.

Раствор фильтруют через плотный фильтр в присутствии небольшого количества беззольной бумажной массы.

Осадок переносят на фильтр и промывают его 5—6 раз горячей соляной кислотой (1:100), собирая фильтрат и промывные воды в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 700—800°C до полного выгорания углерода. Осадок в тигле сплавляют с 3 г пиросернокислого калия при 700—800°C в течение 10—15 мин.

Плав выщелачивают в 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:10) и раствор присоединяют к основному фильтрату.

К объединенному раствору добавляют 2 г борной кислоты и выпаривают его примерно до 100 см<sup>3</sup>.

Раствор предварительно нейтрализуют раствором гидроокиси натрия с массовой долей 25% до начала выпадения гидроокиси железа, после чего тонкой струйкой, при перемешивании, переливают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, в котором находится 50 см<sup>3</sup> горячего раствора гидроокиси натрия, кипятят 3—4 мин и охлаждают.

Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть 200 см<sup>3</sup> (при массовой доле алюминия от 0,50 до 2,0%) или 100 см<sup>3</sup> (при массовой доле алюминия свыше 2,0%) отфильтрованного анализируемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают точно 30 см<sup>3</sup> раствора трилона Б.

Избыток щелочи в присутствии 2—3 капель фенолфталеина нейтрализуют соляной кислотой (1:1) до изменения окраски раствора, затем приливают 20 см<sup>3</sup> буферной смеси и кипятят 2—3 мин.

Раствор охлаждают и избыток трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка в присутствии 50—100 мг смеси ксиленолового оранжевого с хлористым натрием до перехода желтой окраски раствора в красно-фиолетовую.

Затем для связывания 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.

#### 4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю алюминия ( $X_4$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(V - V_1) \cdot C \cdot 100}{m},$$

где  $V$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование после прибавления фтористого натрия, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта после прибавления фтористого натрия,  $\text{см}^3$ ;

$C$  — массовая концентрация раствора уксуснокислого цинка по алюминию,  $\text{г/см}^3$ ;

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

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

---

**Изменение № 1 ГОСТ 13230.7—81 Ферросилиций. Методы определения общего алюминия**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.02.87 № 279**

**Дата введения 01.01.88**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

Пункт 1.2. Заменить ссылку: ГОСТ 20016—74 на ГОСТ 24991—81.

Пункт 2.2. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>», «0,2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 2 г/дм<sup>3</sup>».

Пункты 2.2 (восьмой абзац), 3.2 (тринадцатый абзац). Исключить слова: «не содержащее алюминий».

Пункты 2.2, 3.3.1, 4.3 после слов «платиновом тигле» дополнить словами: «или тигель из стеклоуглерода».

Пункты 2.3.1, 3.3.2, 3.3.4, 4.3 после слов «платиновую чашку» дополнить словами: «или чашку из стеклоуглерода».

*(Продолжение см. с. 50)*

**(Продолжение изменения к ГОСТ 13230.7—81)**

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции (кроме табл. 2): «2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2».

Пункт 3.2. Заменить слова: «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup>», «0,10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>»;

шестой абзац. Исключить слова: «по ГОСТ 4815—76».

Пункт 4.2. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 250 г/дм<sup>3</sup>», «4 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 40 г/дм<sup>3</sup>», «0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>».

Пункт 4.4.2 изложить в новой редакции: «4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2».

(ИУС № 5 1987 г.)