

ФЕРРОНИОБИЙ**Метод определения содержания азота**Ferroniobium Method for the determination
of nitrogen content**ГОСТ**
15933.11—70

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 6/V 1970 г. № 626 срок введения установлен с 1/VII 1971 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на феррониобий и устанавливает объемный метод определения содержания азота (при содержании азота от 0,01 до 0,5%).

Метод основан на растворении пробы в кислотах; при этом азот выделяется в виде аммиака, образуя с избытком кислот аммонийную соль. При нагревании раствора с избытком едкого натра или едкого кали выделяется свободный аммиак, который определяют титрованием кислотой в присутствии смешанного индикатора.

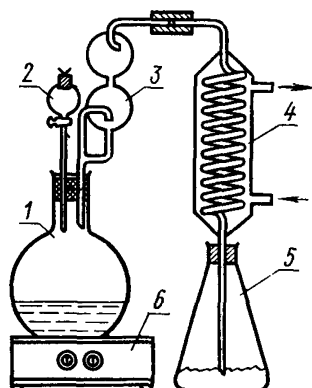
Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на феррониобий.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 15933.0—70.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Аппарат для отгонки азота (см. чертеж).



1—дистилляционная колба,
2—капельная воронка, 3—дефлегматор, 4—холодильник; 5—приемная колба; 6—электроплитка

Кислота серная по ГОСТ 4204—66, разбавленная 1 : 2.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—63.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—64.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 50 %-ный раствор.

Смешанный индикатор; готовят следующим образом: 0,125 г метилового красного и 0,083 г метиленовой сини растворяют в 100 мл этилового спирта.

Титрованный раствор серной кислоты, 0,01 н раствор.

Титр раствора серной кислоты устанавливают по безводному натрию, высушенному при 105—110°C в течение 2 ч.

1 мл 0,01 н раствора серной кислоты соответствует 0,00014 г азота.

Титрованный раствор едкого натра, 0,01 н раствор.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Величину навески феррониобия определяют в зависимости от содержания азота по табл. 1.

Таблица 1

Содержание азота в %	Навеска феррониобия в г
До 0,010	3
Св. 0,010 до 0,050	2
„ 0,050 „ 0,20	1
„ 0,20 „ 0,5	0,5

Навеску феррониобия помещают в платиновую чашку № 5, приливают 20 мл разбавленной 1 : 2 серной кислоты и осторожно, по каплям, во избежание бурного вскипания, приливают 1—2 мл фтористоводородной кислоты и 3—5 мл пергидроля. После растворения содержимое чашки выпаривают до появления паров серного ангидрида, которым дают выделяться 1—2 мин. После этого чашку охлаждают и ее содержимое при помощи промывалки с водой через капельную воронку переливают в дистилляционную колбу, в которую предварительно налито 100 мл 50%-ного раствора едкого натра, перемешивают и соединяют колбу с холодильником, охлаждаемым проточной водой. Носик холодильника должен быть опущен в приемную коническую колбу вместимостью 250 мл, в которую налито 15—20 мл воды, с таким расчетом, чтобы носик холодильника был погружен в воду. Дистилляционную колбу ставят на электроплиту и отгоняют аммиак. Отгонку продолжают до тех пор, пока в приемной колбе не окажется 200 мл дистиллята. После этого отсоединяют холодильник, промывают внутреннюю трубку и носик водой, в приемную колбу добавляют 10 капель смешанного индикатора и титруют содержимое колбы 0,01 н раствором серной кислоты до перехода зеленой окраски раствора в фиолетовую.

Можно применить метод обратного титрования. Для этого в приемную коническую колбу вместимостью 250 мл наливают 20 мл титрованного 0,01 н раствора серной кислоты и после отгонки аммиака оттитровывают избыточную серную кислоту 0,01 н раствором едкого натра в присутствии смешанного индикатора до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в зеленую.

Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт на содержание азота в реактивах.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Содержание азота (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем 0,01 н раствора серной кислоты, израсходованный на титрование, в мл;

V_1 — объем 0,01 н раствора серной кислоты, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, в мл;

T — титр раствора серной кислоты, выраженный в г/мл азота;

G — навеска в г.

4.2. При обратном титровании содержание азота (X_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot T \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем 0,01 н раствора серной кислоты, находящийся в приемнике, в мл;

V_1 — объем 0,01 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование избытка серной кислоты, в мл;

K — соотношение количества 0,01 н раствора серной кислоты и эквивалентного количества 0,01 н раствора едкого натра;

G — навеска в г.

4.3. Допускаемые расхождения между результатами анализа не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Содержание азота в %	Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа в абс. %
От 0,010 до 0,020	0,002
Св. 0,020 „ 0,050	0,003
„ 0,050 „ 0,100	0,006
„ 0,100 „ 0,200	0,015
„ 0,200 „ 0,350	0,020
„ 0,350 „ 0,500	0,030