

ГОСТ 11739.23—99

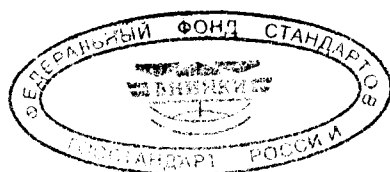
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

## Методы определения циркония

Издание официальное



БЗ 7—98/912

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
Минск

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ОАО «Всероссийский институт легких сплавов» (ОАО ВИЛС), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 297 «Материалы и полуфабрикаты из легких сплавов»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 16—99 от 8 октября 1999 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 18 февраля 2000 г. № 41-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 11739.23—99 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 11739.23—82

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

## Содержание

1 Область применения . . . . .	1
2 Нормативные ссылки . . . . .	1
3 Общие требования . . . . .	1
4 Фотометрический метод определения циркония с арсеназо III . . . . .	1
5 Фотометрический метод определения циркония с ксиленоловым оранжевым . . . . .	4
6 Титриметрический метод определения циркония . . . . .	6

## СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

## Методы определения циркония

Aluminium casting and wrought alloys.  
Methods for determination of zirconium

Дата введения 2000—09—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические (при массовой доле циркония от 0,002 % до 0,25 % и от 0,02 % до 0,5 %) и титриметрический (при массовой доле циркония от 0,5 % до 3,0 %) методы определения циркония в алюминиевых литейных и деформируемых сплавах.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия  
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия  
ГОСТ 3759—75 Алюминий хлористый 6-водный. Технические условия  
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия  
ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия  
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия  
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия  
ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия  
ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия  
ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамина -N, N, N', N'- тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия  
ГОСТ 22867—77 Аммоний азотнокислый. Технические условия  
ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

**3 Общие требования**

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

3.1.1 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

**4 Фотометрический метод определения циркония с арсеназо III****4.1 Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, образовании в растворе соляной кислоты 6 моль/дм<sup>3</sup> окрашенного в синий цвет комплекса циркония с арсеназо III и измерении оптической плотности раствора при длине волны 665—670 нм.

**4.2 Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором.

Спектрофотометр.

pH-метр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, растворы 1:1 и 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Алюминий хлористый 6-водный по ГОСТ 3759.

Раствор алюминия 25 г/дм<sup>3</sup>: 45 г хлористого алюминия растворяют в 150 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают раствором соляной кислоты 1:1 до метки и перемешивают.

Арсенazo III, раствор 2,5 г/дм<sup>3</sup>: 0,25 г реагента растворяют при слабом нагревании в 90 см<sup>3</sup> воды, содержащей 0,3 г углекислого натрия, устанавливают рН (4,0 ± 0,1), используя рН-метр и раствор соляной кислоты 1:3, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор пригоден для применения в течение 6 мес.

Качество каждой новой партии арсенazo III проверяют, для этого устанавливают оптимальную длину волны комплекса циркония с арсенazo III, снимая участок спектра поглощения от 630 до 700 нм через каждые 5 нм, для точки градуировочного графика, соответствующей содержанию циркония 0,00002 г (см. 4.3.4). При удовлетворительном качестве реагента максимальное поглощение комплекса находится при длине волны 665—670 нм и должно составлять не менее половины единицы оптической плотности.

Циркония хлорокись 8-водная.

Стандартные растворы циркония.

Раствор А: 1,767 г 8-водной хлорокиси циркония помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 150 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:3, кипятят 5 мин, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают раствором соляной кислоты 1:3 до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г циркония.

Устанавливают массовую концентрацию стандартного раствора циркония  $T$ , г/см<sup>3</sup>: аликвотную часть раствора 23 см<sup>3</sup> помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, приливают 70—80 см<sup>3</sup> воды, добавляют 1 г хлористого аммония, нагревают до 60—70 °С и добавляют по каплям, при перемешивании, аммиак до появления осязательного запаха.

Раствор с осадком нагревают до кипения, выдерживают 20 мин в теплом месте при температуре 40—50 °С, затем фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента»). Осадок на фильтре промывают пять раз раствором азотнокислого аммония. Фильтр с осадком помещают в доведенный до постоянной массы при температуре (1000 ± 10) °С платиновый тигель, подсушивают, осторожно озоляют и прокалывают в муфельной печи при температуре (1000 ± 10) °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора циркония  $T$ , г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot 0,7403}{V}, \quad (1)$$

где  $m$  — масса осадка после прокалывания, г;

0,7403 — коэффициент пересчета двуокиси циркония на цирконий;

$V$  — объем стандартного раствора циркония, взятый для установления массовой концентрации, см<sup>3</sup>.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора А массовой концентрации  $T$ , вычисленной по формуле (1), переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают раствором соляной кислоты 1:3 до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0001 г циркония.

Раствор В: 4 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают раствором соляной кислоты 1:1 до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,000004 г циркония.

Раствор В готовят перед применением.

#### 4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску пробы массой в соответствии с таблицей 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют пробу сначала

при комнатной температуре, затем при умеренном нагревании. Раствор осторожно выпаривают до появления влажных солей, охлаждают, приливают 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют соли при умеренном нагревании.

Таблица 1

Массовая доля циркония, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>	Объем раствора алюминия, см <sup>3</sup>	Масса навески пробы в аликвотной части раствора, г
От 0,002 до 0,02 включ.	0,5	20	—	0,05
Св. 0,02 » 0,05 »	0,2	20	1,2	0,02
» 0,05 » 0,10 »	0,2	10	1,6	0,01
» 0,10 » 0,25 »	0,2	5	1,8	0,005

4.3.1.1 При массовой доле кремния менее 4 % раствор переводят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают раствором соляной кислоты 1:1 до метки и перемешивают. Если раствор не прозрачный, его фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в сухую колбу.

4.3.1.2 При массовой доле кремния свыше 4 % раствор с осадком фильтруют в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> через фильтр средней плотности («белая лента»), промывают фильтр 2—3 раза раствором соляной кислоты 1:1 порциями по 10 см<sup>3</sup>, собирая фильтрат в ту же колбу (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 2—3 мин. После охлаждения в тигель добавляют пять капель серной кислоты, 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту (приблизительно 1 см<sup>3</sup>) до получения прозрачного раствора. Раствор выпаривают досуха, охлаждают, приливают к сухому остатку в тигле 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют его при умеренном нагревании. Раствор охлаждают, при необходимости фильтруют через маленький плотный фильтр («синяя лента») и присоединяют к основному раствору в мерной колбе вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают раствором соляной кислоты 1:1 до метки и перемешивают.

4.3.2 Аликвотную часть раствора в соответствии с таблицей 1 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, приливают из пипетки раствор соляной кислоты 1:1 до объема 20 см<sup>3</sup>, раствор алюминия в соответствии с таблицей 1, 1 см<sup>3</sup> раствора арсената III, доливают раствором соляной кислоты 1:1 до метки и перемешивают.

4.3.3 Оптическую плотность раствора измеряют через 5 мин при длине волны 665 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм, закрытой крышкой; допускается использование кюветы с толщиной слоя 20 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта по 4.3.4.

Массу циркония определяют по градуировочному графику.

#### 4.3.4 Построение градуировочного графика

В десять мерных колб вместимостью 50 см<sup>3</sup> каждая приливают по 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, по 2 см<sup>3</sup> раствора алюминия, в девять из них отмеряют 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, что соответствует 0,000001; 0,000002; 0,000004; 0,000006; 0,000008; 0,00001; 0,000012; 0,000016; 0,00002 г циркония и далее продолжают по 4.3.2 и 4.3.3.

Раствор, не содержащий циркония, служит раствором контрольного опыта при построении градуировочного графика.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам циркония строят градуировочный график.

### 4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю циркония  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $m$  — масса циркония в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$  — масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

4.4.2 Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Массовая доля циркония	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,002 до 0,005 включ.	0,001	0,001
Св. 0,005 » 0,010 »	0,002	0,003
» 0,010 » 0,025 »	0,003	0,005
» 0,025 » 0,050 »	0,005	0,007
» 0,050 » 0,100 »	0,007	0,010
» 0,10 » 0,25 »	0,01	0,03

## 5 Фотометрический метод определения циркония с ксиленоловым оранжевым

### 5.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, образовании в растворе соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup> окрашенного в оранжево-красный цвет комплекса циркония с ксиленоловым оранжевым и измерении оптической плотности раствора при длине волны 536 нм.

### 5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, растворы 1:1, 1:3, 1:99 и 2,5 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Алюминий хлористый 6-водный по ГОСТ 3759.

Раствор алюминия 25 г/дм<sup>3</sup>: 45 г хлористого алюминия растворяют в 150 см<sup>3</sup> воды, приливают 15 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Ксиленоловый оранжевый, раствор 2 г/дм<sup>3</sup> свежеприготовленный.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 20-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,025 моль/дм<sup>3</sup>.

Циркония хлорокись 8-водная.

Стандартные растворы А и Б по 4.2.

Стандартный раствор В: 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают раствором соляной кислоты 2,5 моль/дм<sup>3</sup> до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,000005 г циркония.

Раствор В готовят перед применением.

### 5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навеску пробы в соответствии с таблицей 3 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают небольшими порциями 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют пробу сначала при комнатной температуре, затем при умеренном нагревании. Раствор осторожно выпаривают до появления влажных солей, приливают 70 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют соли при нагревании.

Таблица 3

Массовая доля циркония, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>	Объем раствора соляной кислоты 2,5 моль/дм <sup>3</sup> , см <sup>3</sup>	Объем раствора алюминия, см <sup>3</sup>	Масса навески пробы в аликвотной части раствора, г
От 0,02 до 0,05 включ.	0,5	20	—	—	0,05
Св. 0,05 » 0,15 »	0,25	20	—	1,0	0,025
» 0,15 » 0,30 »	0,1	20	—	1,5	0,01
» 0,30 » 0,50 »	0,1	10	10	1,8	0,005

5.3.1.1 При массовой доле кремния менее 4 % раствор переводят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, доливают водой до метки и перемешивают. Если раствор не прозрачный, его фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в сухую колбу.

5.3.1.2 При массовой доле кремния свыше 4 % раствор с осадком фильтруют в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> через фильтр средней плотности («белая лента»), промывают фильтр 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты 1:99 порциями по 10 см<sup>3</sup>, собирая фильтрат в ту же колбу (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 2—3 мин. После охлаждения добавляют в тигель пять капель серной кислоты, 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту (приблизительно 1 см<sup>3</sup>) до получения прозрачного раствора.

Раствор выпаривают досуха, охлаждают, приливают к сухому остатку в тигле 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют его при умеренном нагревании. Раствор охлаждают, при необходимости фильтруют через маленький плотный фильтр («синяя лента») и присоединяют к основному раствору в мерной колбе вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

5.3.2 Аликвотную часть раствора в соответствии с таблицей 3 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> раствора гидрохлорида гидроксиламина, выдерживают 5 мин, в соответствии с таблицей 3 приливают раствор соляной кислоты 2,5 моль/дм<sup>3</sup>, раствор алюминия, 2 см<sup>3</sup> раствора ксиленолового оранжевого, доливают водой до метки и перемешивают.

5.3.3 Оптическую плотность раствора измеряют через 15 мин при длине волны 536 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения используют компенсирующий раствор — соответствующую аликвотную часть испытываемого раствора со всеми реактивами, в которую перед добавлением ксиленолового оранжевого вводят 0,5 см<sup>3</sup> раствора трилона Б.

Массу циркония определяют по градуировочному графику.

#### 5.3.4 Построение градуировочного графика

В девять мерных колб вместимостью 50 см<sup>3</sup> каждая приливают из бюретки 20; 19; 18; 17; 16; 15; 14; 13; 12 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2,5 моль/дм<sup>3</sup>, по 2 см<sup>3</sup> раствора алюминия и, начиная со второй колбы, отмеряют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025; 0,00003; 0,000035; 0,00004 г циркония, приливают по 2 см<sup>3</sup> ксиленолового оранжевого, доливают водой до метки, перемешивают и далее продолжают по 5.3.3.

Раствор, не содержащий циркония, служит раствором контрольного опыта при построении градуировочного графика.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам циркония строят градуировочный график.

### 5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю циркония  $X_1$ , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (3)$$

где  $m$  — масса циркония в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$  — масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

5.4.2 Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4

В процентах

Массовая доля циркония	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,020 до 0,050 включ.	0,005	0,007
Св. 0,050 » 0,150 »	0,010	0,020
» 0,15 » 0,30 »	0,02	0,03
» 0,30 » 0,50 »	0,03	0,05



## 6 Титриметрический метод определения циркония

### 6.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и титровании циркония в растворе соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup> трилоном Б с индикатором ксиленоловым оранжевым.

Мешающее влияние железа III устраняют введением гидрохлорида гидроксилamina.

### 6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, растворы 1:1 и 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Гидроксилamina гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Ксиленоловый оранжевый, раствор 2 г/дм<sup>3</sup> свежеприготовленный.

Циркония хлорокись 8-водная.

Стандартный раствор циркония по 4.2.

Соль динатриевая этилендиамина -N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,0125 моль/дм<sup>3</sup>: 4,653 г трилона Б растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды, фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Для установления массовой концентрации трилона Б по цирконию в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора циркония А, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, 100 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до кипения, приливают 25 см<sup>3</sup> раствора гидрохлорида гидроксилamina, четыре капли ксиленолового оранжевого и титруют цирконий раствором трилона Б до изменения малиновой окраски раствора в желтую.

Массовую концентрацию трилона Б по цирконию  $T$ , г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$T = \frac{CV_1}{V_2}, \quad (4)$$

где  $C$  — массовая концентрация стандартного раствора циркония, г/см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем стандартного раствора циркония, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора трилона Б, см<sup>3</sup>.

### 6.3 Проведение анализа

Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают небольшими порциями 40 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют пробу сначала при комнатной температуре, затем при умеренном нагревании. К раствору добавляют 8—10 капель азотной кислоты и осторожно выпаривают до появления влажных солей, охлаждают, приливают 25 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, растворяют соли при нагревании, приливают 100 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до кипения. К горячему раствору приливают 25 см<sup>3</sup> раствора гидрохлорида гидроксилamina, четыре капли ксиленолового оранжевого и титруют цирконий раствором трилона Б до изменения малиновой окраски раствора в желтую.

В случае появления бледно-малиновой окраски после достижения точки эквивалентности раствор нагревают до начала кипения и титруют до появления устойчивой желтой окраски.

### 6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю циркония  $X_2$ , %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{VT}{m} \cdot 100, \quad (5)$$

где  $V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$T$  — установленная массовая концентрация раствора трилона Б по цирконию, г/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса пробы, г.

6.4.2 Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в таблице 5.

Таблица 5

В процентах

Массовая доля циркония	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,50 до 1,50 включ.	0,05	0,07
Св. 1,50 » 3,00 »	0,07	0,10

Ключевые слова: сплавы алюминиевые, методы определения циркония, реактивы, растворы, анализ

Редактор *Л.И. Нахимова*  
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*  
Корректор *Р.А. Ментова*  
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 21.04.2000. Подписано в печать 06.06.2000. Усл. печ. л. 1,40.  
Уч.-изд. л. 0,95. Тираж 271 экз. С 5256. Зак. 528.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.  
Плр № 080102

by 8/15