



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

**СТАЛЬ ВУГЛЕЦЕВА
І ЧАВУН НЕЛЕГОВАНІЙ**

Методи визначення алюмінію

ДСТУ 7642:2014

**Київ
МІНЕКОНОМРОЗВИТКУ УКРАЇНИ
2016**

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет України «Стандартизація методів визначення хімічного складу матеріалів металургійного виробництва» (ТК 3), Український державний науково-технічний центр з технології та обладнання, обробки металів, захисту навколишнього середовища та використання вторинних ресурсів для металургії та машинобудування «Енергосталь»

РОЗРОБНИКИ: **Н. Гриценко**, канд. хім. наук (науковий керівник); **Г. Душенко**; **В. Мантула**; **О. Сніжко**; **С. Спіріна**, канд. хім. наук (науковий керівник); **Д. Сталінський**, д-р техн. наук

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Міністерства економічного розвитку України від 29 грудня 2014 р. № 1484 з 2015-07-01

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 22536.10-88)

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Загальні вимоги	2
4 Фотометричний метод визначення масової частки загального алюмінію від 0,005 % до 0,12 %	2
5 Фотометричний метод визначення масової частки алюмінію кислоторозчинного від 0,005 % до 0,12 %	6
6 Атомно-абсорбційний метод визначення масової частки алюмінію від 0,05 % до 0,12 %	7
7 Норми точності	8
8 Вимоги до кваліфікації оператора	9
9 Вимоги щодо безпеки	9

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СТАЛЬ ВУГЛЕЦЕВА І ЧАВУН НЕЛЕГОВАНИЙ Методи визначення алюмінію

СТАЛЬ УГЛЕРОДИСТАЯ И ЧУГУН НЕЛЕГИРОВАННЫЙ Методы определения алюминия

CARBON STEEL AND UNALLOYED CAST IRON Methods for determination of aluminium

Чинний від 2015–07–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює методи визначення масової частки алюмінію: фотометричні (від 0,005 % до 0,12 %) й атомно-абсорбційний (від 0,05 % до 0,12 %) у сталі вуглецевій та чавуні нелегованому.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ДСТУ 7237:2011 Система стандартів безпеки праці. Електробезпека. Загальні вимоги та номенклатура видів захисту

ДСТУ 7749:2015 Сталь вуглецева і чавун нелегований. Загальні вимоги до методів аналізу

ДСТУ ГОСТ 11069–2003 Алюміній первинний. Марки (ГОСТ 11069–2001, IDT)

ГОСТ 12.1.004–91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования (ССБП. Пожежна безпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.1.007–76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (ССБП. Шкідливі речовини. Класифікація та загальні вимоги щодо безпеки)

ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ. Взрывоопасность. Общие требования (ССБП. Вибухонебезпечність. Загальні вимоги)

ГОСТ 61–75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия (Реактивы. Кислота оцтова. Технічні умови)

ГОСТ 83–79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия (Реактивы. Натрій вуглекислий. Технічні умови)

ГОСТ 199–78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия (Реактивы. Натрій оцтовокислий 3-водний. Технічні умови)

ГОСТ 3117–78 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия (Реактивы. Амоній оцтовокислий. Технічні умови)

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия (Реактиви. Кислота соляна. Технічні умови)

ГОСТ 3760–79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия (Реактиви. Аміак водний. Технічні умови)

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия (Реактиви. Кислота сірчана. Технічні умови)

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроксид. Технические условия (Реактиви. Натрію гідроксид. Технічні умови)

ГОСТ 4332–76 Реактивы. Калий углекислый — натрий углекислый. Технические условия (Реактиви. Калій вуглекислий — натрій вуглекислий. Технічні умови)

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия (Реактиви. Кислота азотна. Технічні умови)

ГОСТ 4529–78 Реактивы. Цинк хлористый. Технические условия (Реактиви. Цинк хлористий. Технічні умови)

ГОСТ 5457–75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия (Ацетилен розчинений і газоподібний технічний. Технічні умови)

ГОСТ 6691–77 Реактивы. Карбамид. Технические условия (Реактиви. Карбамід. Технічні умови)

ГОСТ 9656–75 Реактивы. Кислота борная. Технические условия (Реактиви. Кислота борна. Технічні умови)

ГОСТ 10484–78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия (Кислота фтористоводнева. Технічні умови)

ГОСТ 10652–73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия (Реактиви. Сіль дінатрієва етилендіамін-N,N,N',N'-тетраоцтової кислоти 2-водна (трилон Б). Технічні умови)

ГОСТ 10779–78 Спирт поливиниловый. Технические условия (Спирт полівініловий. Технічні умови)

ГОСТ 11125–84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия (Кислота азотна особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 11293–89 Желатин. Технические условия (Желатин. Технічні умови)

ГОСТ 13610–79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия (Залізо карбонільне радіотехнічне. Технічні умови)

ГОСТ 14261–77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия (Кислота соляна особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 14262–78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия (Кислота сірчана особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 18270–72 Кислота уксусная особой чистоты. Технические условия (Кислота оцтова особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия (Спирт етиловий ректифікований технічний. Технічні умови).

3 ЗАГАЛЬНІ ВИМОГИ

3.1 Загальні вимоги до методів аналізу — згідно з ДСТУ 7749.

3.2 Норми точності та нормативи контролю точності визначення масової частки алюмінію наведено в розділі 7.

4 ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ЗАГАЛЬНОГО АЛЮМІНІЮ ВІД 0,005 % ДО 0,12 %

4.1 Суть методу

Метод ґрунтується на утворенні в ацетатному буферному розчині забарвленої комплексної сполуки алюмінію з алюміноном за рН 4,7—5,1 або з хромазуолом С у присутності полівінілового спирту за рН 5,8—6,7 та вимірюванні світлопоглинання отриманого комплексу за довжини хвилі 530 нм або 620 нм відповідно.

Вплив заліза, що заважає, усувають додаванням аскорбінової й тіогліколевої кислот.

Ванадій і титан не заважають визначенню алюмінію, якщо масова частка кожного не перевищує масової частки алюмінію втрічі. В іншому разі вплив ванадію враховують введенням його в розчини для побудови градувального графіка, а титан разом із залізом, марганцем, міддю і хромом відокремлюють гідроксидом натрію у присутності хлористого цинку та борної кислоти.

4.2 Визначення алюмінію з алюмініном

4.2.1 Апаратура, реактиви та розчини

Спектрофотометр або фотоелектроколориметр.

pH-метр.

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118 або ГОСТ 14261, розведена 1:1, 1:6 та 1:20.

Кислота азотна — згідно з ГОСТ 4461 або ГОСТ 11125.

Кислота сірчана — згідно з ГОСТ 4204 або ГОСТ 14262, розведена 1:1, 1:9 та 1:20.

Кислота фтористоводнева — згідно з ГОСТ 10484.

Кислота аскорбінова, фармакопійна, розчин масовою концентрацією 50 г/дм³. Готують перед застосуванням.

Кислота тіогліколева, розчин масовою концентрацією 50 г/дм³.

Суміш кислот: змішують рівні об'єми розчинів аскорбінової й тіогліколевої кислот.

Аміак водний — згідно з ГОСТ 3760, розведений 1:1 та 1:20.

Кислота бензойна, спиртовий розчин масовою концентрацією 100 г/дм³.

Кислота борна — згідно з ГОСТ 9656.

Залізо карбонільне радіотехнічне — згідно з ГОСТ 13610, масовою часткою алюмінію не більше ніж 0,001 % або марки ос. ч.

Желатин харчовий — згідно з ГОСТ 11293, розчин масовою концентрацією 5 г/дм³. Розчин готують так: 5 г желатину розчиняють у (500—600) см³ теплої води, охолоджують, доводять водою до об'єму 1 дм³ та перемішують.

Спирт етиловий ректифікований — згідно з ДСТУ 4221 або ГОСТ 18300.

Натрій вуглекислий — згідно з ГОСТ 83.

Натрію гідроксид — згідно з ГОСТ 4328, розчин масовою концентрацією 200 г/дм³, зберігають у посуді з поліетилену.

Цинк хлористий — згідно з ГОСТ 4529, розчин масовою концентрацією 100 г/дм³. Розчин готують так: 100 г хлористого цинку розчиняють у воді, що містить 10 см³ соляної кислоти, переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

Алюмініон, складовий розчин масовою концентрацією 0,33 г/дм³; готують так: 500 г оцтовокислого амонію розчиняють у 1 дм³ теплої води та доливають 80 см³ оцтової кислоти; 1 г алюмініону розчиняють у 50 см³ води, що містить 2—3 краплі аміаку, розведеного 1:20, і додають 20 см³ спиртового розчину бензойної кислоти; обидва розчини зливають разом і доливають водою до об'єму 3 дм³, перемішують і фільтрують. Розчин використовують через 2—3 доби після приготування протягом 3 міс.

Натрій оцтовокислий 3-водний — згідно з ГОСТ 199.

Амоній оцтовокислий — згідно з ГОСТ 3117.

Кислота оцтова — згідно з ГОСТ 18270 або ГОСТ 61.

Буферний розчин із pH (5 ± 0,1): 13,6 г оцтовокислого натрію розчиняють у 200 см³ води. Розчин фільтрують, додають 2 см³ оцтової кислоти, доливають водою до об'єму 1 дм³ та перемішують.

Алюміній — згідно з ДСТУ ГОСТ 11069, марок А999, А995 або А97.

Стандартний розчин алюмінію: 0,1000 г металевого алюмінію вміщують у стакан місткістю від 250 см³ до 300 см³, доливають 30 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, і розчиняють, нагріваючи. Потім додають 3—4 краплі азотної кислоти до припинення спінювання та кип'ятять до видалення оксидів азоту. Далі до розчину доливають від 100 см³ до 150 см³ гарячої води та нагрівають до розчинення солей. Розчин охолоджують, переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, додають 30 см³ соляної кислоти, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину містить 0,0001 г алюмінію.

Ванадію оксид V, ос. ч.

Розчин ванадію масовою концентрацією 0,001 г/дм³: 1,7851 г оксиду ванадію (V) вміщують у стакан, доливають 50 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:9, і нагрівають до розчинення наважки. Потім обе-

режно додають 5 см³ азотної кислоти й випарюють до появи парів сірчаної кислоти. Розчин охолоджують, додають від 200 см³ до 250 см³ води, перемішують і фільтрують на фільтр середньої щільності в мірну колбу місткістю 1 дм³. Фільтр промивають теплою водою, збираючи промивну рідину в ту саму колбу. До розчину додають 100 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:1, охолоджують, доливають водою до позначки та перемішують.

Фенолфталеїн, розчин в етиловому спирті масовою концентрацією 10 г/дм³.

4.2.2 Аналізування

4.2.2.1 Наважку проби залежно від масової частки алюмінію в сталі або чавуні згідно з таблицею 1 вміщують у стакан місткістю 200 см³, додають від 20 см³ до 30 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, та розчиняють, нагріваючи. Після розчинення наважки додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання і ще 3—5 крапель у надлишок. Розчин кип'ятять до видалення оксидів азоту та випарюють насухо. До сухого залишку додають 10 см³ соляної кислоти та знову випарюють насухо. Оброблення сухого залишку соляною кислотою повторюють.

Таблиця 1

Масова частка алюмінію, %	Маса наважки, г	Аліквотна частина розчину, см ³
Від 0,005 до 0,010 включ.	1,0	20
Понад 0,01 » 0,02 »	1,0	10
» 0,02 » 0,06 »	0,5	10
» 0,06 » 0,12 »	0,25	10

Після охолодження до сухого залишку доливають 10 см³ соляної кислоти, злегка помішуючи. Стакан накривають годинниковим склом і через (4—5) хв до розчину доливають від 30 см³ до 40 см³ гарячої води та нагрівають до розчинення солей. Нерозчинний залишок відразу відфільтровують на фільтр середньої щільності, що містить невелику кількість беззольної фільтропаперової маси.

Осад на фільтрі промивають двічі-тричі гарячою соляною кислотою, розведеною 1:20, та двічі-тричі гарячою водою. Фільтрат із промивними водами зберігають.

Фільтр з осадом вміщують у платиновий тигель, висушують й озолують за температури 600 °С. Осад у тиглі змочують 2—3 краплями води, додають 2—3 краплі сірчаної кислоти, розведеної 1:1, 3 см³—5 см³ фтористоводневої кислоти й обережно випарюють до повного видалення парів сірчаної кислоти. До сухого залишку в тиглі додають 1 г безводного вуглекислого натрію та сплавляють за температури 1000 °С протягом (10—15) хв.

Плав вилуговують у (20—30) см³ соляної кислоти, розведеної 1:20. Одержаний розчин фільтрують і приєднують до основного фільтрату. Об'єднаний розчин упарюють до (50—60) см³ і переливають у мірну колбу місткістю 100 см³. Розчин доливають до позначки водою та перемішують.

Якщо в аналізованій пробі присутній титан, то його відокремлюють гідроксидом натрію. Для цього об'єднаний розчин випарюють до об'єму від 15 см³ до 20 см³, охолоджують, доливають 5 см³ розчину хлористого цинку та 0,7 г борної кислоти й знову нагрівають.

Гарячий розчин обережно, невеликими порціями, ретельно перемішуючи, вливають у мірну колбу місткістю 100 см³, яка містить від 30 см³ до 40 см³ гарячого розчину гідроксиду натрію масовою концентрацією 200 г/дм³. Одержаний розчин охолоджують, доливають до позначки водою та перемішують. Після відстоювання розчин фільтрують на сухий фільтр середньої щільності в сухий кварцевий або фторопластовий стакан, відкидаючи перші порції фільтрату.

4.2.2.2 У мірну колбу місткістю 100 см³ вміщують аліквотну частину розчину згідно з таблицею 1, додають від 2 см³ до 5 см³ розчину аскорбінової кислоти або суміші аскорбінової й тіогліколевої кислот, перемішують і залишають на (3—5) хв. Потім доливають 10 см³ буферного розчину, перемішують, доливають 8 см³ складового розчину алюмінію, 3 см³ розчину желатину, доливають до позначки буферним розчином і перемішують.

У разі відокремлення алюмінію від титану аліквотну частину лужного розчину згідно з таблицею 1 вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³, додають 1—2 краплі фенолфталеїну, нейтралізують 12—15 краплями соляної кислоти, розведеної 1:1, до зміни забарвлення індикатора і додають у над-

лишок 1 см³ соляної кислоти, розведеної 1:6, потім доливають 2 см³ розчину аскорбінової кислоти або суміші аскорбінової й тіогліколевої кислот, перемішують і залишають на (3—5) хв. Після цього доливають 10 см³ буферного розчину, перемішують, доливають 8 см³ складового розчину алюмінію, 3 см³ розчину желатину, доливають до позначки буферним розчином і перемішують.

Оптичну густину розчину вимірюють через 30 хв на спектрофотометрі за довжини хвилі 530 нм або на фотоелектроколориметрі із зеленим світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвилі від 530 нм до 540 нм. Як розчин порівняння використовують розчин контрольного досліджу.

Для приготування розчину контрольного досліджу в стакан вміщують наважку карбонільного заліза, відповідну наважці проби, й далі виконують аналізування, як зазначено в 4.2.2.1 та 4.2.2.2.

Результати аналізування обчислюють за градувальним графіком або методом порівняння зі стандартним зразком, близьким за складом до аналізованої проби та виконаним через усі стадії аналізування.

4.3 Визначення алюмінію з хромазуолом С

4.3.1 Апаратура, реактиви та розчини

Апаратура та реактиви відповідно до 4.2.1 з доповненнями:

Натрію гідроксид — згідно з ГОСТ 4328, розчин масовою концентрацією 50 г/дм³, зберігають у поліетиленовому посуді.

Спирт полівініловий — згідно з ГОСТ 10779, розчин масовою концентрацією 40 г/дм³.

Буферний розчин із рН (7,1 ± 0,1): 274 г амонію оцтовокислого та 109 г натрію оцтовокислого 3-водного розчиняють у 600 см³ води. Розчин фільтрують, доливають водою до об'єму 1 дм³ і перемішують. Розчин зберігають у поліетиленовому посуді.

Сечовина — згідно з ГОСТ 6691, розчин масовою концентрацією 15 г/дм³; готують перед застосуванням.

Хромазуол С, розчин масовою концентрацією 1 г/дм³: 1 г хромазуолу С вміщують у стакан, змочують водою та розчиняють у 6 см³ азотної кислоти, розведеної 1:1. Розчин переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, що містить 500 см³ етилового спирту та 200 см³ води, доливають 50 см³ розчину сечовини та доливають водою до позначки. Розчин придатний до застосування протягом двох тижнів.

4.3.2 Аналізування

4.3.2.1 Розчинення проби та підготування розчину до аналізування виконують, як зазначено у 4.2.2.1.

4.3.2.2 Аліквотну частину розчину згідно з таблицею 1 вміщують у стакан місткістю 100 см³, який містить від 3 см³ до 6 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, та 10 см³ води. рН розчину має бути не більше ніж 1,0 (контроль за рН-метром). Потім доливають від 2 см³ до 5 см³ розчину аскорбінової кислоти й установлюють рН (1,5 ± 0,1), додаючи невеликими порціями, безперервно перемішуючи, розчин гідроксиду натрію масовою концентрацією 50 г/дм³. Розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, додають, перемішуючи, 10 см³ розчину хромазуолу С, 5 см³ розчину полівінілового спирту, 20 см³ буферного розчину, доливають водою до позначки та перемішують.

Оптичну густину розчину вимірюють через 30 хв на спектрофотометрі за довжини хвилі 620 нм або на фотоелектроколориметрі із синьо-зеленим світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвилі від 590 нм до 625 нм. Як розчин порівняння використовують розчин контрольного досліджу.

Для приготування розчину контрольного досліджу в стакан вміщують наважку карбонільного заліза, відповідну наважці проби, й далі аналізування виконують, як зазначено в 4.2.2.1 та 4.3.2.2.

Результати аналізування обчислюють за градувальним графіком або методом порівняння зі стандартним зразком, близьким за складом до аналізованої проби та виконаним через усі стадії аналізування.

4.4 Побудова градувального графіка

У вісім стаканів місткістю 200 см³ вміщують наважку карбонільного заліза, відповідну наважці аналізованої проби згідно з таблицею 1. У сім із них послідовно додають (0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5) см³ стандартного розчину алюмінію, що відповідає (0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030; 0,00035) г алюмінію.

У разі присутності в аналізованій пробі ванадію в стакани доливають розчин ванадію в кількості, відповідній вмісту його в наважці аналізованої проби.

Восьмий стакан використовують для контрольного досліду.

У кожен стакан доливають від 20 см³ до 30 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, та розчиняють, нагріваючи. Далі аналізування виконують, як зазначено у 4.2.2 в разі використання алюмінію або 4.3.2 в разі використання хромазуrolу С.

За знайденими значеннями оптичної густини й відповідними до них значеннями маси алюмінію будують градувальний графік у координатах: оптична густина — маса алюмінію, у грамах. Допустимо будувати градувальний графік у координатах: оптична густина — масова частка алюмінію, у відсотках.

4.5 Опрацювання результатів

4.5.1 Масову частку алюмінію X_1 , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

де m_1 — маса алюмінію, знайдена за градувальним графіком, г;

m — маса наважки проби, г.

5 ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ АЛЮМІНІЮ КИСЛОТОРОЗЧИННОГО ВІД 0,005 % ДО 0,12 %

5.1 Суть методу

Метод ґрунтується на розчиненні наважки сталі в сірчаній кислоті, розведеної 1:20, під час слабого нагрівання, що надає змогу за таких умов найповніше розділити кислоторозчинний алюміній та алюміній, який входить до складу включень.

Алюміній кислоторозчинний визначають фотометричним методом з алюміноном або хромазуrolом С.

5.2 Апаратура, реактиви та розчини

Апаратура, реактиви та розчини відповідно до 4.2.1 та 4.3.1.

5.3 Аналізування

Наважку сталі масою 1 г вміщують у конічну колбу місткістю 100 см³, доливають 30 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:20, і, накривши колбу годинниковим склом, розчиняють на водяній бані за температури від 50 °С до 60 °С.

Після повного розчинення наважки додають невелику кількість фільтропаперової маси, розводять розчин водою до 50 см³ і фільтрують на фільтр середньої щільності в мірну колбу місткістю 100 см³. Осад і фільтр промивають від 8 до 10 разів гарячою водою. Фільтр з осадом відкидають. Фільтрат охолоджують, доливають водою до позначки та перемішують.

Якщо в аналізованій пробі присутній титан, то його відокремлюють гідроксидом натрію. Для цього розчин після розчинення наважки фільтрують у стакан місткістю від 200 см³ до 300 см³ на фільтр середньої щільності. Осад і фільтр промивають 8—10 разів гарячою водою. Фільтр з осадом відкидають. Вміст стакана нагрівають, окислюють залізо, додаючи від 2 см³ до 3 см³ азотної кислоти, розчин упарюють до об'єму від 15 см³ до 20 см³, доливають 5 см³ розчину хлористого цинку та 0,7 г борної кислоти.

Гарячий розчин обережно, невеликими порціями, під час ретельного перемішування, вливають у мірну колбу місткістю 100 см³, яка містить від 30 см³ до 50 см³ гарячого розчину гідроксиду натрію масовою концентрацією 200 г/дм³. Далі розчин охолоджують, доливають до позначки водою та перемішують. Після відстоювання розчин фільтрують на сухий фільтр середньої щільності в сухий кварцевий стакан, відкидаючи перші порції фільтрату.

Далі аналізування виконують відповідно до 4.2.2.2 в разі використання алюмінію або 4.3.2.2 в разі використання хромазуrolу С.

5.4 Побудова градувального графіка

У вісім конічних колб місткістю 100 см³ вміщують по 1 г карбонільного заліза. У сім із них послідовно додають (0,3; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0) см³ стандартного розчину алюмінію, що відповідає (0,00003; 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030) г алюмінію. Восьма колба слугує для контрольного дослідю.

У разі присутності в аналізованій пробі ванадію в колби доливають розчин ванадію в кількості, відповідній вмісту його в наважці аналізованої проби.

У кожену колбу додають по 30 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:20, і, накривши колбу годинниковим склом, розчиняють на водяній бані за температури від 50 °С до 60 °С. Далі аналізування виконують, як зазначено в 5.3.

За знайденими значеннями оптичної густини й відповідними до них значеннями маси алюмінію будують градувальний графік у координатах: оптична густина — маса алюмінію, у грамах.

Допустимо будувати градувальний графік в координатах: оптична густина — масова частка, у відсотках.

5.5 Опрацювання результатів

5.5.1 Масову частку кислоторозчинного алюмінію X_2 , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{m_1}, \quad (2)$$

де m — маса алюмінію, визначена за градувальним графіком, г;

m_1 — маса наважки проби, г.

6 АТОМНО-АБСОРБЦІЙНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ АЛЮМІНІЮ ВІД 0,05 % ДО 0,12 %

6.1 Суть методу

Метод ґрунтується на вимірюванні ступеня поглинання резонансного випромінювання вільними атомами алюмінію, що утворюються внаслідок розпилення аналізованого розчину в полум'я оксид азоту (I) — ацетилен за довжини хвилі 309,3 нм.

6.2 Апаратура, реактиви та розчини

Атомно-абсорбційний полуменевий спектрофотометр.

Лампа з порожнистим катодом для визначення алюмінію.

Ацетилен — згідно з ГОСТ 5457.

Оксид азоту (I) фармакопейний.

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118 або ГОСТ 14261, розведена 1:1 та 1:100.

Кислота сірчана — згідно з ГОСТ 4204, розведена 1:4.

Кислота азотна — згідно з ГОСТ 4461.

Кислота фтористоводнева — згідно з ГОСТ 10484.

Калій-натрій вуглекислий — згідно з ГОСТ 4332.

Сіль динатрієва етилендіамін-N,N,N',N'-тетраацтової кислоти, 2-водна (Трилон Б) — згідно з ГОСТ 10652, розчин масовою концентрацією 50 г/дм³.

Алюміній металевий — згідно з ДСТУ ГОСТ 11069, марок А999, А995, А99 або А97.

Стандартні розчини алюмінію.

Розчин А. 0,5 г металевого алюмінію вміщують у стакан місткістю від 250 см³ до 300 см³ і розчиняють, помірно нагріваючи в (40—50) см³ соляної кислоти, розведеної 1:1. Обережно додають краплями від 5 см³ до 7 см³ азотної кислоти та кип'ятять до видалення оксидів азоту. Потім до розчину доливають від 100 см³ до 150 см³ гарячої води й охолоджують. Розчин переливають у мірну колбу місткістю 500 см³, доливають до позначки водою та перемішують.

1 см³ розчину А містить 0,001 г алюмінію.

Розчин Б. 10 см³ розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають до позначки водою та перемішують.

1 см³ стандартного розчину Б містить 0,0001 г алюмінію.

6.3 Підготування приладу

Прилад готують відповідно до наданої інструкції. Настроюють спектрофотометр на резонансну лінію 309,3 нм. Після вмикання системи подавання газів і запалення пальника в полум'я розпилюють воду й установлюють нульовий показник приладу.

6.4 Аналізування

6.4.1 Наважку сталі або чавуну масою 1 г вміщують у стакан місткістю від 250 см³ до 300 см³ і розчиняють, нагріваючи у (20—50) см³ соляної кислоти. Потім обережно, краплями, додають від 5 см³ до 10 см³ азотної кислоти й випарюють розчин насухо. Солі розчиняють у 5 см³ соляної кислоти під час слабкого нагрівання, доливають від 40 см³ до 50 см³ гарячої води й фільтрують розчин на два фільтри «біла стрічка», що містять фільтропаперову масу. Фільтр з осадом промивають 4—5 разів гарячою соляною кислотою, розведеною 1:100, і двічі-тричі гарячою водою. Фільтрат зберігають.

Далі фільтр з осадом вміщують у платиновий тигель, висушують, озолують та прожарюють протягом від 7 хв до 10 хв за температури від 800 °С до 900 °С. Тигель із залишком охолоджують, додають від 3 до 5 крапель води, (3—4) краплі сірчаної кислоти, від 4 см³ до 5 см³ фтористоводневої кислоти й обережно випарюють вміст тигля до видалення парів сірчаної кислоти. Потім тигель прожарюють протягом від 5 хв до 7 хв за температури від 800 °С до 900 °С, охолоджують, додають від 1,0 г до 1,5 г калію вуглекислого — натрію вуглекислого та сплавляють вміст тигля за температури від 1000 °С до 1100 °С. Після охолодження тигель зі сплавом вміщують у стакан місткістю від 200 см³ до 250 см³ та вилуговують сплав у 50 см³ гарячої води, доливають 10 см³ соляної кислоти й розчиняють солі, нагріваючи. Розчин заливають до первинного фільтрату, упарюють до від 20 см³ до 30 см³, доливають 10 см³ розчину Трилону Б, охолоджують і переливають у мірну колбу місткістю 50 см³, доливають до позначки водою та перемішують.

Допустимо інше розведення розчину, яке виконують так, щоб остаточна концентрація алюмінію була в діапазоні, відповідному прямолінійній ділянці градувального графіка.

Аналізований розчин фільтрують на сухий фільтр «біла стрічка» в суху конічну колбу, відкидаючи перші порції фільтрату.

Одночасно з аналізуванням виконують контрольний дослід на забруднення реактивів.

Розчини розпилюють у порядку зростання абсорбції до одержання стабільних показів для кожного розчину, починаючи з контрольного. Перед розпиленням кожного розчину розпилюють воду для промивання системи й перевірення нульової точки.

Із середнього значення абсорбції кожного аналізованого розчину віднімають середнє значення абсорбції контрольного дослід.

Масу алюмінію знаходять за градувальним графіком.

6.4.2 Побудова градувального графіка

У шість стаканів місткістю від 250 см³ до 300 см³ вміщують по 1 г карбонільного заліза. У п'ять із них послідовно додають (5; 7; 9; 10; 12) см³ стандартного розчину Б, що відповідає (0,0005; 0,0007; 0,0009; 0,0010; 0,0012) г алюмінію. Далі аналізування виконують, як зазначено в 6.4.1.

Шостий стакан слугує для контрольного дослід.

За знайденими значеннями абсорбції розчинів та відповідними до них значеннями маси алюмінію будують градувальний графік у координатах: абсорбція — маса алюмінія, у грамах.

6.5 Опрацювання результатів

6.5.1 Масову частку алюмінію X_3 , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_3 = \frac{m \cdot 100}{m_1}, \quad (3)$$

де m — маса алюмінію в аналізованій пробі, визначена за градувальним графіком, г;

m_1 — маса наважки проби, г.

7 НОРМИ ТОЧНОСТІ

7.1 Норми точності й нормативи контролю точності визначення масової частки алюмінію наведено в таблиці 2.

Таблиця 2

У відсотках

Масова частка алюмінію	Границя допустимої похибки результатів аналізу, Δ	Допустима розбіжність			
		двох середніх результатів аналізу, виконаних у різних умовах, D_2	двох одночасних визначень, d_2	трьох одночасних визначень, d_3	результатів аналізу стандартного зразка від атестованого значення, δ
Від 0,005 до 0,010 включ.	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
Понад 0,01 » 0,02 »	0,004	0,006	0,004	0,006	0,003
» 0,02 » 0,05 »	0,007	0,008	0,007	0,008	0,004
» 0,05 » 0,12 »	0,014	0,018	0,015	0,018	0,009

8 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ОПЕРАТОРА

8.1 До вимірювання й опрацювання їхніх результатів допускають осіб, що вивчили методику вимірювання, інструкцію з обслуговування та експлуатації приладів, пройшли відповідний інструктаж і допущені до роботи в установленому на підприємстві (організації) порядку.

9 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

9.1 Під час аналізування треба дотримувати вимоги щодо безпеки, викладені в інструкціях, що діють у хімічних лабораторіях, і розроблені згідно з ДСТУ 7237, ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.010 та чинними нормативними документами.

9.2 Під час вимірювання на атомно-абсорбційному спектрофотометрі потрібно особливо звернути увагу на:

- вибухонебезпечність ацетилену;
- необхідність захисту очей оператора від ультрафіолетового випромінювання кольоровим склом;
- заповнення гідрозатвора водою.

Після закінчення роботи необхідно ретельно промити водою систему подавання та розпилювання розчину і головку пальника, оскільки забруднений солями пальник може спричинити проскакування полум'я в середину пальника.

Код УКНД 77.080.01

Ключові слова: чавун, сталь, алюміній, фотометричний метод, атомно-абсорбційний метод, наважка, похибка, градувальний графік, розчин, стандартний зразок.