

СТАЛЬ ТА ЧАВУН
Методи визначення алюмінію
(перша редакція)

Видання офіційне

ПЕРЕДМОВА

- 1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет «Стандартизація методів визначення хімічного складу матеріалів металургійного виробництва» (ТК 3), Державне підприємство «Український науково-технічний центр металургійної промисловості «Енергосталь» (ДП «УкрНТЦ «ЕНЕРГОСТАЛЬ»)
РОЗРОБНИКИ: Сталінський Д.В., д-р техн. наук, професор; Гриценко Н.М., канд. хім. наук (керівник розробки)

- 2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Державного підприємства «Український науково-дослідний і навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості»
від “ _____ ” _____ 20__ р. № _____ з _____

- 3 Цей стандарт розроблено згідно з правилами, установленими в національній стандартизації України

- 4 НА ЗАМІНУ: ГОСТ 12357-84, ГОСТ 2604.13-82

**Право власності на цей національний стандарт належить державі.
Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати
зادля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання цей
національний стандарт або його частини
на будь-яких носіях інформації без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи
ДП «УкрНДНЦ», 20__**

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Загальні вимоги	1
4 Фотометричний метод визначення масової частки алюмінію від 0,005 % до 5,0 %	2
5 Титриметричний метод визначення масової частки алюмінію від 0,2 % до 10,0 %	9
6 Гравіметричний метод визначення масової частки алюмінію від 0,1 % до 10,0 %	14
7 Атомно-абсорбційний метод із електротермічною атомізацією визначення масової частки алюмінію від 0,01 % до 0,20 %	16
8 Полуменевий атомно-абсорбційний метод визначення масової частки алюмінію від 0,05 % до 10,0 %	20
9 Норми точності	23
10 Вимоги до кваліфікації оператора	23
11 Вимоги щодо безпеки	23

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

**Сталь та чавун
Методи визначення алюмінію****Steel and cast iron
Methods for determination of aluminium**

Чинний від _____

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює методи визначення масової частки алюмінію в сталі та чавуні: фотометричний (від 0,005 % до 5,0 %), титриметричний (від 0,2 % до 10,0 %), гравіметричний (від 0,1 % до 10,0 %), атомно-абсорбційний із електротермічною атомізацією (від 0,01 % до 0,20%) та полуменевий атомно-абсорбційний (від 0,2 % до 10,0 %).

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 та чавун нелегований. Загальні вимоги до методів аналізу

ДСТУ ГОСТ 11069-2003 Алюміній первинний. Марки (ГОСТ 11069-2001, ІДТ)

ДСТУ¹⁾ Чавун, сталь, феросплави, хром, марганець металеві. Загальні вимоги до методів аналізу.

3 ЗАГАЛЬНІ ВИМОГИ

3.1 Загальні вимоги до методів аналізу – згідно з ДСТУ 7749, ДСТУ¹⁾.

3.2 Норми точності і нормативи контролю точності визначення масової частки алюмінію наведено в розділі 9.

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

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 хромазуролом 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.

Якщо масова частка хрому більше ніж 10%, його відганяють у вигляді хлористого хромілу. Титан разом із залізом, марганцем, міддю і хромом відокремлюють гідроксидом натрію у присутності хлористого цинку та борної кислоти.

Нікель, кобальт і марганець відокремлюють осадженням алюмінію уротропіном. Ванадій і титан не заважають визначенню алюмінію, якщо масова частка кожного не перевищує масової частки алюмінію втричі. В іншому разі вплив ванадію враховують введенням його в розчини для побудови градууювального графіка.

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

4.2 Апаратура, реактиви та розчини

Спектрофотометр або фотоелектроколориметр.

рН-метр – згідно з чинним нормативним документом (НД).

Кислота соляна – згідно з чинним НД і розведена 1:1, 1:6, 1:20.

Кислота азотна – згідно з чинним НД і розведена 1:1.

Кислота сірчана – згідно з чинним НД і розведена 1:1, 1:9 і 1:20.

Кислота хлорна – згідно з чинним НД.

Кислота фтористоводнева – згідно з чинним НД.

Кислота оцтова – згідно з чинним НД.

Кислота аскорбінова фармакопійна – згідно з чинним НД, розчин масовою концентрацією 50 г/дм³. Готують перед застосуванням.

Кислота тіогліколева – згідно з чинним НД, розчин масовою концентрацією 50 г/дм³.

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

Кислота борна – згідно з чинним НД.

Кислота бензойна – згідно з чинним НД, розчин в етиловому спирті масовою концентрацією 100 г/дм³.

Аміак водний – згідно з чинним НД і розведений 1:1 і 1:20.

Амонію хлорид ос. ч. – згідно з чинним НД.

Амоній оцтовокислий ос.ч. – згідно з чинним НД.

Уротропін фармакопейний – згідно з чинним НД, розчини масовою концентрацією 250 г/дм³ і 5 г/дм³; зберігають у поліетиленовому посуді

Залізо карбонільне радіотехнічне – згідно з чинним НД, з масовою часткою алюмінію не більше ніж 0,001 % або марки ос.ч.

Желатин харчовий – згідно з чинним НД, розчин масовою концентрацією 5 г/дм³. Розчин готують так: 5 г желатину розчиняють у (500-600) см³ теплої води, охолоджують, доводять водою об'єм до 1 дм³ і перемішують

Натрій вуглекислий безводний – згідно з чинним НД.

Натрію гідроксид – згідно з чинним НД, розчини масовою концентрацією 200 г/дм³ і 50 г/см³, зберігають у поліетиленовому посуді.

Натрій оцтовокислий 3-водний – згідно з чинним НД.

Цинку хлорид – згідно з чинним НД, розчин масовою концентрацією 100 г/дм³, 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 і перемішують.

Сечовина – згідно з чинним НД, свіжоприготований розчин масовою концентрацією 15 г/дм³.

Спирт етиловий ректифікований – згідно з ДСТУ 4221.

Спирт полівініловий – згідно з чинним НД, розчин масовою концентрацією 40 г/дм³.

Буферний розчин з рН (7,1 ± 0,1) готують так: 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.

ДСТУ

Буферний розчин з рН (5,0 ± 0,1) готують так: 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, марки А999, А995 або А97.

Стандартні розчини алюмінію:

Розчин А: 1,0 г металевого алюмінію вміщують у стакан місткістю від 250 см³ до 300 см³, доливають 50 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, і розчиняють нагріваючи. Обережно додають краплями азотну кислоту 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 0,001 г алюмінію.

Розчин Б: 10 см³ стандартного розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³, додають 5 см³ соляної кислоти, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину містить 0,0001 г алюмінію.

Алюмініон, складовий розчин з 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 об'єм до 3 дм³, перемішують і фільтрують. Розчин використовують через 2 - 3 доби після приготування протягом 3 місяців.

Хромазуrol С – згідно з чинним НД, розчин масовою концентрацією 1 г/дм³: 1 г хромазуrolу 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, додають 50 см³ розчину сечовини, доливають водою до позначки та перемішують. Розчин придатний до застосування протягом двох тижнів.

Ванадію оксид V, ос.ч – згідно з чинним НД.

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 обережно 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 – згідно з чинним НД, розчин в етиловому спирті масовою концентрацією 20 г/дм³.

Індикатор універсальний паперовий.

4.3 Аналізування

4.3.1 Наважку аналізованої проби залежно від масової частки алюмінію та відповідно до таблиці 1 вміщують у кварцовий стакан місткістю від 250 до 300 см³, додають (15-20) см³ соляної кислоти і розчиняють нагріваючи. Потім додають 2-3 см³ азотної кислоти та продовжують нагрівання до повного розчинення наважки. Допустимо розчиняти наважку проби в (30 – 40) см³ суміші соляної та азотної кислот в співвідношенні 3:1. 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 і вміст стакана охолоджують.

Таблиця 1

Масова частка алюмінію, %					Маса наважки, г	Розведення аналізованого розчину, см ³	Аліквотна частина розчину, см ³
Від	0,005	до	0,010	включ.	1,0	100	20
Понад.	0,01	»	0,02	»	1,0	100	10
»	0,02	»	0,05	»	0,5	100	10
»	0,05	»	0,10	»	0,25	100	10
»	0,1		0,2	»	0,25	100	5
»	0,2		0,5	»	0,1	100	5
»	0,5		1,0	»	0,1	250	5
»	1,0		2,0	»	0,1	250	5
»	2,0		5,0	»	0,1	250	2

4.3.1.1 Якщо масова частка хрому в аналізованій пробі становить понад 10%, до отриманого розчину додають 30 см³ хлорної кислоти, накривають стакан годинниковим склом і нагрівають розчин до початку виділення її парів та ще 5 хв. Після повного окислення хрому хлорною кислотою (до зміни кольору солей з зеленого на помаранчево-червоний) знімають годинникове скло і додають краплями соляну кислоту до припинення видалення бурих парів хлористого хромілу. Ста-

ДСТУ

кан знову накривають склом і нагрівають розчин до повного окислення хрому. Операцію відгону хлористого хромілу повторюють до повного його видалення. Розчин випарюють насухо та охолоджують.

Після охолодження до сухого залишку додають 10 см^3 соляної кислоти, злегка перемішуючи, стакан накривають годинниковим склом і через (4–5) хв до розчину додають (30–40) см^3 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 (основний розчин).

Фільтр з осадом вміщують у платиновий тигель, висушують й озолують за температури 600°C . Осад у тиглі змочують 2–3 краплями води, додають 2–3 краплі сірчаної кислоти, розведеної 1:1, додають (3–5) см^3 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°C протягом 10–15 хв. Плав розчиняють у (15–20) см^3 гарячої води, розчин фільтрують і приєднують до основного розчину.

4.3.1.2 Якщо масова частка нікелю та кобальту становить у сумі понад 15%, марганцю понад 2%, їх відділяють осадженням алюмінію уротропіном. Для цього отриманий розчин випарюють до об'єму 150 см^3 , охолоджують і додають аміак до рівня рН (2,5–3,0) (контроль за рН-метром або за індикатором універсальним паперовим), додають 2 г хлориду амонію та (20–25) см^3 розчину уротропіну масовою концентрацією 250 г/дм^3 . Вміст стакана нагрівають до температури 90°C , уникаючи кипіння, потім витримують на теплій плиті протягом (15–20) хв до коагуляції осаду. Розчин фільтрують на фільтр середньої щільності. Осад на фільтрі промивають 10–12 разів теплим розчином уротропіну масовою концентрацією 5 г/дм^3 і розчиняють у 40 см^3 соляної кислоти, розведеної 1:1, збираючи розчин у стакан, в якому проводили осадження алюмінію. Фільтр промивають 6–8 разів гарячою водою, збираючи промивні води в той же стакан. Фільтр відкидають.

4.3.2 Отриманий розчин випарюють до об'єму (10–20) см^3 , додають 5 см^3 розчину хлориду цинку, 0,7 г борної кислоти та нагрівають. Гарячий розчин обережно, невеликими порціями, ретельно перемішуючи, повільно вливають у мірну

колбу, яка містить 30 см^3 (для розведення 100 см^3) або 75 см^3 (для розведення 250 см^3) гарячого розчину гідроксиду натрію масовою концентрацією 200 г/дм^3 . Одержаний розчин охолоджують, доливають водою до позначки та перемішують. Після відстоювання розчин фільтрують на сухий фільтр середньої щільності в сухий кварцовий стакан, відкидаючи перші порції фільтрату.

4.3.3 *Визначення масової частки алюмінію від 0,005% до 2,0% з хромазуролом С*

Аліквотну частину аналізованого розчину згідно з таблицею 1 вміщують у стакан місткістю 100 см^3 , який містить $(3-6) \text{ см}^3$ соляної кислоти, розведеної 1:1, та 10 см^3 води, рН розчину має бути не більше ніж 1,0 (контроль за рН-метром). Потім додають $(2-5) \text{ см}^3$ розчину аскорбінової кислоти й установлюють рН $(1,5 \pm 0,1)$, додаючи невеликими порціями, безперервно перемішуючи, розчин гідроксиду натрію масовою концентрацією 50 г/дм^3 . Розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см^3 , додають, безперервно перемішуючи, 10 см^3 розчину хромазуролу С, 5 см^3 розчину полівінілового спирту, 20 см^3 буферного розчину із рН $(7,1 \pm 0,1)$, 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 хвиль від 590 нм до 625 нм. Вимірювання виконують відносно води.

Одночасно з виконанням аналізу проводять контрольний дослід на забруднення реактивів. Для приготування розчину контрольного дослід у стакан вміщують наважку карбонільного заліза, відповідну наважці проби, й далі аналізування виконують, як зазначено у 4.3.1 та 4.3.2.

Результати аналізування обчислюють за градувальним графіком.

4.3.4 *Визначення масової частки алюмінію від 0,005% до 5,0% з алюміноном*

У мірну колбу місткістю 100 см^3 , яка містить $(5-20) \text{ см}^3$ води, вміщують аліквотну частину розчину згідно з таблицею 1, додають 1-2 краплі фенолфталеїну і нейтралізують (1-15) краплями соляної кислоти, розведеної 1:1, до зміни забарвлення індикатора та додають у надлишок 1 см^3 соляної кислоти, розведеної 1:6, потім додають 2 см^3 розчину аскорбінової кислоти або суміші аскорбінової і тіогліколевої кислот, перемішують і залишають на (3-5) хв. Після цього доливають 10

ДСТУ

см³ буферного розчину з рН (5,0±0,1), перемішують, додають 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 і далі виконують аналізування, як зазначено в 4.2.1 і 4.2.2.

Результати аналізування обчислюють за градувальним графіком

4.3.5 Побудова градувальних графіків

4.3.5.1 За масової частки алюмінію від 0,005 % до 1,5 %.

У сім кварцових стаканів місткістю 200 см³ вміщують наважку карбонільного заліза, відповідну наважці аналізованої проби згідно з таблицею 1. У шість з них послідовно додають (0,5; 1,0; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5) см³ стандартного розчину алюмінію Б, що відповідає (0,00005; 0,00010; 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. Сьомий стакан використовують для проведення контрольного досліджу.

У кожен стакан доливають (20-30) см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, та розчиняють, нагріваючи. Далі аналізування виконують, як зазначено в 4.3.1 та в 4.3.3 у разі використання хромазурулу С або у 4.3.4 у разі використання алюмінію

4.3.5.2 За масової частки алюмінію від 1,5 % до 5,0 %.

У сім кварцових стаканів місткістю 200 см³ вміщують наважку карбонільного заліза, відповідну наважці аналізованої проби згідно з таблицею 1. У шість з них послідовно додають (1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0) см³ стандартного розчину алюмінію А, що відповідає (0,0010; 0,0015; 0,0020; 0,0030; 0,0040; 0,0050) г алюмінію.

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

Сьомий стакан використовують для проведення контрольного досліджу.

У кожен стакан доливають (20-30) см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, та розчиняють, нагріваючи. Далі аналізування виконують, як зазначено у 4.3.1 та в

4.3.3 у разі використання хромазуролу С або у 4.3.4 в разі використання алюмінію

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.

4.4. Опрацювання результатів

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 ТИТРИМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ АЛЮМІНІЮ ВІД 0,2 % до 10,0 %

5.1 Суть методу

Метод ґрунтується на утворенні комплексної сполуки алюмінію з трилоном Б в слабкокислому середовищі та подальшому титруванню надлишку трилону Б розчином оцтовокислого цинку в присутності індикатора ксиленолового помаранчевого (рН 5,5-5,8).

Алюміній попередньо відділяють від заліза, нікелю, хрому та інших елементів осадженням фторидом натрію.

5.2 Апаратура, реактиви, розчини

Апаратура та реактиви - відповідно до 4.2 з доповненнями:

Кислота сірчана – згідно з чинним нормативним документом (НД) і розведена 1:1 та 1:100.

Кислота борна – згідно з чинним НД, насичений розчин.

Суміш борної та соляної кислот, готують так: до 300 см³ насиченого за кімнатної температури розчину борної кислоти додають 500 см³ соляної кислоти та 1,2 дм³ води та перемішують.

Калій-натрій вуглекислий – згідно з чинним НД.

ДСТУ

Амонію цитрат двозамінений – згідно з чинним НД, розчин масовою концентрацією 400 г/дм^3 .

Амоній щавлевокислий – згідно з чинним НД, насичений розчин.

Амоній роданистий - згідно з чинною НД, розчин масовою концентрацією 50 г/дм^3 .

Маскувальна суміш готують так: 1 дм^3 розчину амонію цитрату двозаміненого змішують з 1 дм^3 насиченого за кімнатної температури розчином амонію щавлевокислого та ретельно перемішують.

Натрію хлорид – згідно з чинним НД.

Натрію фторид – згідно з чинним НД, розчини масовою концентрацією 35 г/дм^3 і 5 г/дм^3 .

Індикатор метиловий червоний – згідно з чинним НД, розчин масовою концентрацією 2 г/дм^3 : $0,2 \text{ г}$ індикатора розчиняють у 60 см^3 етилового спирту, додають 40 см^3 води та перемішують.

Індикатор ксиленоловий помаранчевий – згідно з чинним НД: $0,1 \text{ г}$ індикатора розтирають з 10 г натрію хлориду в ступці.

Буферний розчин з рН ($6,0 \pm 0,1$), готують так: 500 г амонію оцтовокислого розчиняють у 1 дм^3 води й установлюють рН ($6,0 \pm 0,1$), додаючи невеликими порціями, безперервно перемішуючи, крижану оцтову кислоту (контроль за рН-метром). Отриманий розчин фільтрують.

Стандартний розчин алюмінію

Наважку металевого алюмінію масою $0,1 \text{ г}$ вміщують у стакан місткістю $100\text{-}150 \text{ см}^3$, додають $20\text{-}30 \text{ см}^3$ соляної кислоти, розведеної $1:1$, $3\text{-}4 \text{ см}^3$ азотної кислоти, розведеної $1:1$, та розчиняють нагріваючи. Розчин охолоджують, додають 10 см^3 сірчаної кислоти та випарюють до парів сірчаної кислоти. Після охолодження солі розчиняють у $30\text{-}40 \text{ см}^3$ води, розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см^3 , доливають водою до позначки та перемішують.

1 см^3 розчину містить $0,001 \text{ г}$ алюмінію.

Цинк оцтовокислий 2-водний – згідно з чинним НД, розчини молярною концентрацією $0,05 \text{ моль/дм}^3$ і $0,025 \text{ моль/дм}^3$.

Розчин молярною концентрацією $0,05 \text{ моль/дм}^3$, готують так: $11,0 \text{ г}$ оцтовокислого цинку розчиняють у 300 см^3 води, додають 10 см^3 крижаної оцтової кис-

лоти, розчин фільтрують у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

Розчин молярною концентрацією 0,025 моль/дм³: 500 см³ розчину оцтовокислого цинку з молярною концентрацією 0,05 моль/дм³ вміщують у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

Сіль динатрієва етилендіамін-N, N, N', N'-тетраоцтової кислоти, 2-водна (Трилон Б) – згідно з чинним НД, розчини молярною концентрацією 0,05 моль/дм³ і 0,025 моль/дм³.

Розчин молярною концентрацією 0,05 моль/дм³ готують так: 18,6 г трилону Б розчиняють у 250-300 см³ води при слабкому нагріванні. Розчин фільтрують, переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

Розчин молярною концентрацією 0,025 моль/дм³: 500 см³ розчину трилону Б з молярною концентрацією 0,05 моль/дм³ вміщують у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

Масову концентрацію розчину трилону Б встановлюють за стандартним розчином алюмінію. Для цього стандартний розчин алюмінію в кількості, відповідній його масі в наважці аналізованої проби, вміщують у стакан або колбу місткістю 250 см³. Далі аналізують, як зазначено в 5.3. Допустимо масову концентрацію трилону Б встановлювати за стандартним зразком, близькому за хімічним складом і масової частки алюмінію до аналізованої проби.

Масову концентрацію розчину трилону Б T , виражену в грамах алюмінію на 1 см³ розчину, обчислюють за формулою:

$$T = \frac{m}{V - V_1 \cdot K}, \quad (2)$$

де m - маса алюмінію в аліквотній частині стандартного розчину, взятого для титрування, г;

V - об'єм розчину трилону Б, взятий для титрування, см³;

V_1 - об'єм розчину оцтовокислого цинку, витрачений на титрування надлишку трилону Б, см³;

K – коефіцієнт, що визначає співвідношення між об'ємами розчинів трилону Б та оцтовокислого цинку.

ДСТУ

Для визначення значення коефіцієнта К та врахування контрольного досліду використовують розчин контрольного досліду на реактиви, проведеного через усі стадії аналізу, як зазначено в 5.3.

Коефіцієнт розраховують за формулою

$$K = \frac{V_2}{V_3}, \quad (3)$$

де V_2 - об'єм розчину трилону Б, взятий для титрування, см^3 ;

V_3 - об'єм розчину оцтовокислого цинку, витрачений на титрування трилону Б, см^3 .

Співвідношення встановлюють тричі й беруть середнє значення.

5.3 Аналізування

5.3.1 Наважку аналізованої проби залежно від масової частки алюмінію та відповідно до таблиці 2 вміщують у стакан або колбу місткістю від 250 см^3 до 300

Таблиця 2

Масова частка алюмінію, %	Маса наважки проби, г
Від 0,2 до 1,5 включ.	1,0
Св. 1,5 « 3,0 «	0,5
« 3,0 « 5,0 «	0,25
« 5,0 « 10,0	0,15

см^3 , доливають $(25-30) \text{ см}^3$ соляної кислоти, $(5-10) \text{ см}^3$ азотної кислоти та розчиняють нагріваючи. Розчин охолоджують, додають 10 см^3 сірчаної кислоти і випарюють до появи парів сірчаної кислоти. Стакан охолоджують, доливають $(80-100) \text{ см}^3$ води і нагрівають до розчинення солей.

5.3.2 Якщо в аналізованій пробі міститься вольфрам, ніобій або тантал, солі розчиняють у 30 см^3 маскувальної суміші, доливають $(50-70) \text{ см}^3$ води і фільтрують на два фільтра "біла стрічка". Фільтр з осадом промивають 4-5 разів гарячою сірчаною кислотою, розведеною 1:100, збираючи фільтрат і промивні води в стакан місткістю від 350 см^3 до 400 см^3 . Отриманий розчин зберігають для подальшого аналізування (основний фільтрат).

Фільтр з осадом вміщують у платиновий тигель, висушують, озолують і прожарюють за температури від 800°C до 900°C . Тигель з осадом охолоджують, осад змочують 2-3 краплями води, додають 5-6 крапель сірчаної кислоти, розведеної 1:1, додають $(3-5) \text{ см}^3$ фтористоводневої кислоти й обережно випарюють вміст тигля до видалення парів сірчаної кислоти. Потім осад у тиглі прожарюють

за температури від 800°C до 900°C і сплавляють з (1,0-1,5) г калію - натрію вуглекислого за температури від 1000°C до 1100°C. Плав охолоджують і розчиняють нагріваючи у (40-50) см³ гарячої води. Розчин фільтрують на фільтр "біла стрічка", осад промивають 4-5 разів сірчаною кислотою, розведеної 1:100. Отриманий розчин приєднують до основного фільтрату.

5.3.3 Якщо під час розчинення солей маскувальну суміш не додавали, до розчину, отриманому в 5.3.1, додають 30 см³ маскувальної суміші та (20-22) см³ аміаку. Розчин перемішують, охолоджують й установлюють рН (6,0 ± 0,1) (контроль за рН-метром), додаючи невеликими порціями, безперервно перемішуючи, аміак або сірчану кислоту, розведену 1:1. Потім до розчину, ретельно перемішуючи, додають (80-100) см³ розчину фториду натрію масовою концентрацією 35 г/дм³ та протягом (20-25) хв розчин продовжують періодично перемішувати. Осад кріоліту відфільтровують на два фільтра "синя стрічка" й промивають 12-15 разів розчином фториду натрію масовою концентрацією 5 г/дм³ до повного видалення йонів заліза в промивних водах (проба з розчином роданистого амонію). Осад розчиняють у (50-70) см³ киплячої суміші борної та соляної кислот, збираючи розчин у стакан, в якому проводилося осадження. Фільтр промивають 5-6 разів гарячою водою, збираючи промивні води в той самий стакан.

5.3.4 До отриманого розчину додають (5-7) см³ сірчаної кислоти й випарюють до початку виділення парів сірчаної кислоти. Потім додають кілька крапель азотної кислоти для руйнування органічних речовин і розчин знову випарюють до парів сірчаної кислоти. Стінки стакана обмивають водою і розчин ще раз випарюють до парів сірчаної кислоти. Розчин охолоджують, додають (130-150) см³ води та нагрівають до розчинення солей. Після охолодження до розчину додають 2-3 краплі індикатора метилового червоного та з бюретки доливають 20 см³ розчину трилону Б.

За масової частки алюмінію в пробі до 0,5% до розчину додають розчин трилону Б молярною концентрацією 0,025 моль/дм³ і надлишок його титрують розчином оцтовокислого цинку молярної концентрації 0,025 моль/дм³.

За масової частки алюмінію в пробі понад 0,5% додають розчин трилону Б молярною концентрацією 0,05 моль/дм³ і надлишок його титрують розчином оцтовокислого цинку молярної концентрації 0,05 моль/дм³.

Потім до розчину додають аміак до появи жовтого забарвлення, 15 см³ буферного розчину й обережно кип'ятять протягом (1-3) хв. Розчин охолоджують і

ДСТУ

титрують розчином оцтовокислого цинку в присутності індикатора ксиленолового помаранчевого до переходу жовтого забарвлення в червоно-малиновий.

5.4 Опрацювання результатів

Масову частку алюмінію у відсотках(X) обчислюють за формулою

$$X = \frac{(V - KV_1) \cdot T \cdot 100}{m}, \quad (4)$$

де V - об'єм розчину трилону Б, взятий для титрування, см^3 ;

V_1 - об'єм розчину оцтовокислого цинку, витрачений на титрування надлишку трилону Б, см^3 ;

K - коефіцієнт співвідношення між об'ємами розчинів трилону Б і оцтовокислого цинку;

T - масова концентрація розчину трилону Б, виражена в грамах алюмінію на 1 см^3 ;

m - маса наважки аналізованої проби, г.

6 ГРАВИМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ АЛЮМІНІЮ ВІД 0,1 до 10,0 %

6.1 Суть методу

Метод ґрунтується на відділенні алюмінію від супутніх елементів осадженням фторидом натрію, розчиненні осаду кріоліту в суміші соляної та борної кислот і осадженні алюмінію 8-ортооксихіноліном або бензоатом амонію. Осад прожарюють до отримання оксиду алюмінію та зважують.

6.2 Апаратура, реактиви, розчини

Апаратура та реактиви - відповідно до 4.2 та 5.2 з доповненнями:

Амоній оцтовокислий – згідно з чинним НД, розчини масовою концентрацією 200 г/дм^3 та 20 г/дм^3 .

8-оксихінолін – згідно з чинним НД, розчин масовою концентрацією $2,5 \text{ г/дм}^3$, готують так: 50 г 8-оксихіноліну розчиняють у 50 см^3 оцтової кислоти, додають 950 см^3 води, нагрівають за температури 60°C до розчинення, охолоджують і фільтрують.

Амонію бензоат – згідно з чинним НД, розчин масовою концентрацією

100 г/дм³.

Промивна рідина: до 200 см³ розчину бензоату амонію доливають 500 см³ води та додають оцтову кислоту до рН 4,0-4,5 (за індикатором універсальним паперовим).

6.3 Аналізування

6.3.1 Масу наважки аналізованої проби залежно від масової частки алюмінію та відповідно до таблиці 2 вміщують у стакан або колбу місткістю від 200 см³ до 250 см³ і далі аналізування виконують, як зазначено в 5.3.1; 5.3.2; 5.3.3.

6.3.2 Отриманий розчин нейтралізують аміаком у присутності індикатора метилового червоного до зміни кольору, додають соляну кислоту до появи рожевого забарвлення та в надлишок 5 крапель. До розчину додають 10 см³ розчину 8-ортооксихіноліну (за масової частки алюмінію менше ніж 1,0%) або (15-25) см³ (за масової частки алюмінію понад 1,0%) та 10 см³ розчину оцтовокислого амонію масовою концентрацією 200 г/дм³. Після перемішування та появи помутніння, додають ще 25 см³ розчину оцтовокислого амонію та 5 см³ аміаку. Розчин перемішують, нагрівають до температури від 60°C до 70°C і дають осаду відстоятися в теплом місці протягом 30 хв.

Осад оксихінолінату алюмінію відфільтровують на фільтр середньої щільності, що містить невелику кількість фільтропаперової маси, промивають 10-12 разів гарячим розчином оцтовокислого амонію масовою концентрацією 20 г/дм³ і розчиняють у гарячій соляній кислоті, розведеної 1:1, фільтр промивають гарячою водою, збираючи розчин у стакан, в якому проводилося осадження. Осадження алюмінію 8-оксихіноліном повторюють, як зазначено вище, або проводять осадження бензоатом амонію.

У цьому разі до розчину, об'ємом (150-200) см³, додають аміак, розведений 1:1, до початку випадання осаду гідроксидів, який розчиняють, додаючи краплями соляну кислоту, розведену 1:1. Потім додають 2 г хлориду амонію, 3 см³ крижаної оцтової кислоти, 2 см³ розчину тіоліколевої кислоти й 15 см³ розчину бензоату амонію (бензойна кислота, яка частково виділяється, при подальшому нагріванні переходить у розчин). Розчин охолоджують й устанавлюють рН (4,0 ± 4,5) (контроль за універсальним індикаторним папером), додаючи невели-

ДСТУ

кими порціями, безперервно перемішуючи, аміак, розведений 1:1, або соляну кислоту, розведену 1:1. Розчин нагрівають до кипіння, помірно кип'ятять протягом 5 хв і залишають за температури 80°C протягом (10-15) хв.

Осад відфільтровують на фільтр середньої щільності. Стакан і осад на фільтрі промивають 6-8 разів гарячим розчином промивної рідини, фільтр промивають гарячою водою до повного видалення іонів заліза. Фільтр з осадом вміщують у платиновий тигель, заздалегідь прожарений до сталої маси за температури від 1000°C до 1100°C та зважений. Фільтр з осадом висушують, обережно озолують, не допускаючи займання і прожарюють за температури від 1000°C до 1100°C до сталої маси. Потім тигель з осадом охолоджують в ексікаторі та зважують. Одночасно з аналізуванням виконують контрольний дослід на забруднення реактивів.

6.4 Опрацювання результатів

Масову частку алюмінію (X_3) у відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0,5292}{m} \cdot 100, \quad (5)$$

де m_1 - маса тигля з осадом оксиду алюмінію, г;
 m_2 - маса тигля без осаду оксиду алюмінію, г;
 m_3 - маса тигля з осадом контрольного досвіду, г;
 m_4 - маса тигля контрольного досвіду, г;
0,5292 - коефіцієнт перерахунку оксиду алюмінію на алюміній;
 m - маса наважки, г.

7 АТОМНО- АБСОРБЦІЙНИЙ МЕТОД ІЗ ЕЛЕКТРОТЕРМІЧНИМ НАГРІВАННЯМ ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ АЛЮМІНІЮ ВІД 0,01% ДО 0,20%

7.1 Суть методу

Метод ґрунтується на вимірюванні ступеня поглинання резонансного випромінювання вільними атомами алюмінію, які утворюються внаслідок термічної дисоціації сполук алюмінію в графітовій кюветі, за довжини хвилі 309,3 нм.

7.2 Апаратура, реактиви та розчини

Реактиви та розчини - відповідно до 4.2 та 5.2 з доповненнями:

Атомно-абсорбційний спектрофотометр з графітовою кюветою.

Лампа для визначення алюмінію.

Аргон – згідно з чинним НД.

Кислота шавлева, ос. ч – згідно з чинним НД, насичений розчин.

Калій піросернокислий – згідно з чинним НД.

Сталь або чавун для приготування градууювального графіку, які містять алюміній відповідно до таблиці 3, близьких за складом до аналізованої проби, і відрізняються від неї за масовою часткою основних компонентів на $\pm 5\%$.

Стандартні розчини алюмінію.

Розчин А: 1,0 г металевого алюмінію вміщують у стакан місткістю від 250 см³ до 300 см³, доливають 50 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, додають (2-3) см³ азотної кислоти та розчиняють нагріваючи. Розчин охолоджують, додають 50 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:1, і випарюють до парів сірчаної кислоти. Вміст стакану охолоджують, обмивають стінки стакану водою та знову випарюють. Розчин охолоджують, додають (100-150) см³ води й переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, що містить 50 см³ розчину сірчаної кислоти, розведеної 1:1, охолоджують, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину містить 0,001 г алюмінію.

Розчин Б: 5 см³ стандартного розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину містить 0,00005 г алюмінію.

7.3 Підготування приладу

Прилад готують відповідно до наданої інструкції. Настроюють спектрофотометр на резонансну лінію 309,3 нм.

7.4 Аналізування

7.4.1 Наважку проби масою в залежності від масової частки алюмінію та відповідно до таблиці 3 вміщують у кварцовий стакан місткістю 250 см³, доливають (20-30) см³ соляної кислоти, накривають стакан годинниковим склом і розчиняють нагріваючи протягом (30-40) хв, додають (4-5) см³ азотної кислоти і продовжують нагрівання до повного розчинення наважки. Допустимо розчиняти наважку в (30-40) см³ суміші соляної та азотної кислот у співвідношенні 3:1. До охолодженого розчину додають 10 см³ сірчаної кислоти і випарюють до появи парів сірчаної кислоти та охолоджують.

Таблиця 3

Масова частка алюмінію, %	Маса наважки проби, г	Допустима масова частка алюмінію в сталі або чавуні для градуєвального графіку, %, не більше ніж
Від 0,01 до 0,05 включ.	0,50	0,01
Понад 0,05 « 0,10	0,25	0,05
« 0,10 « 0,20	0,10	0,10

Якщо аналізована проба не містить вольфрам або ніобій, до вмісту в стакані доливають (50-70) см³ гарячої води. Якщо проба містить вольфрам або ніобій, доливають 50 см³ розчину шавлевої кислоти та 20 см³ води. Розчин нагрівають до розчинення солей і відфільтровують осад кремнієвої кислоти на два фільтра "біла стрічка". Фільтр з осадом промивають 10-12 разів сірчаною кислотою, розведеною 1:100, збираючи фільтрат і промивні води у мірну колбу місткістю 250 см³ (основний фільтрат).

Фільтр з осадом вміщують у платиновий тигель, висушують, обережно озолують і прожарюють за температури від 800°C до 900°C протягом 30 хв. До залишку в тиглі додають 2-3 краплі води, 3-5 крапель сірчаної кислоти, розведеної 1:1, (3-5) см³ фтористоводневої кислоти й обережно випарюють вміст тигля до видалення парів сірчаної кислоти та прожарюють за температури від 700°C до 800°C протягом 2-3 хв. До залишку в тиглі додають 1,0 г калію піросірчанокиисло-го калію та сплавляють за температури від 700°C до 800°C. Плав охолоджують і розчиняють у гарячій воді. Розчин приєднують до основного фільтрату в мірній колбі місткістю 250 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

Відбирають мікропіпеткою аліквотну частину отриманого розчину, що дорівнює 0,01 см³ або 0,02 см³, (щоб маса алюмінію була в діапазоні, відповідному прямолінійній ділянці градуєвального графіка), та вводять його в графітову кювету, висушують протягом 30 с за температури 100°C, проводять термічне руйнування протягом 20 с за температури 1400°C та атомізацію протягом 8 с за температури 2700°C. У якості екрануючого газу використовують аргон. Визначають значення поглинання випромінювання за довжини хвилі 309,3 нм та фіксують його. Вимірювання виконують не менше ніж для трьох аліквотних частин аналізованого розчину. Кювету промивають введенням (0,01-0,02) см³ води та виконують всі стадії нагрівання, що і для проби.

Одночасно з виконанням аналізування проводять контрольний дослід на забруднення реактивів. Для приготування розчину контрольного дослід у стакан

вміщують наважку карбонільного заліза відповідну наважці проби й проводять через всі стадії аналізування, як зазначено в 7.3.1.

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

Масу алюмінію знаходять за градувальним графіком.

7.4.2 Побудова градувального графіка

У десять кварцових стаканів місткістю від 250 см³ до 300 см³ вміщують наважки сталі або чавуна для градуваного графіка відповідно до таблиці 3. У дев'ять із них послідовно додають 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5 і 5,0 см³ стандартного розчину Б алюмінію. Десятий стакан слугує для проведення контрольного дослідю. У всі стакани доливають (20-30) см³ соляної кислоти. Далі аналізування виконують, як зазначено в п 7.3.1.

Із значення абсорбції розчинів для градувального графіка віднімають значення абсорбції розчину контрольного дослідю.

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

Розчини для градуваного графіка зберігають у щільно закритих поліетиленових або фторопластових склянках протягом 1 місяця.

Для аналізаторів, які сполучені з комп'ютером процедура градування визначається програмним забезпеченням.

7.5 Опрацювання результатів

Масову частку алюмінію (X_4) у відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1}, \quad (6)$$

Де m - маса алюмінію, знайдена за градувальним графіком, г;

m_1 - маса наважки проби, г.

8 ПОЛУМЕНЕВИЙ АТОМНО-АБСОРБЦІЙНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ АЛЮМІНІЮ ВІД 0,05 % ДО 10,0 %

8.1 Суть методу

Метод ґрунтується на вимірюванні ступеня поглинання резонансного випромінювання вільними атомами алюмінію, що утворюються внаслідок розпи-

ДСТУ

лення аналізованого розчину в полум'я оксид азоту (I) – ацетилен за довжини хвилі 309,3 нм.

8.2 Апаратура, реактиви та розчини

Реактиви та розчини - відповідно до 4.2 та 5.2 з доповненнями:

Атомно-абсорбційний полуменевий спектрофотометр.

Лампа з порожнистим катодом для визначення алюмінію.

Ацетилен – згідно з чинним НД.

Оксид азоту (I) фармакопейний – згідно з чинним НД.

Кислота соляна – згідно з чинним НД і розведена 1:100.

Стандартні розчини алюмінію.

Розчин А. 0,5 г металевого алюмінію вміщують у стакан місткістю від 250 см³ до 300 см³ і розчиняють, помірно нагріваючи у (40–50) см³ соляної кислоти, розведеної 1:1. Обережно додають краплями від 5 см³ до 7 см³ азотної кислоти і кип'ятять до видалення оксидів азоту. Потім до розчину додають 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.

8.3 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 встановлюють нульовий показник приладу.

8.4 Аналізування

8.4.1 Наважку проби масою в залежності від масової частки алюмінію та відповідно до таблиці 4 вміщують у стакан місткістю від 250 см³ до 300 см³ і розчиняють, нагріваючи у (20–50) см³ соляної кислоти. Потім обережно, краплями, додають (5-10) см³ азотної кислоти і випарюють розчин до вологих солей. Допустимо розчиняти наважку в (30-40) см³ суміші соляної та азотної кислот у співвідношенні 3:1.

Таблиця 4

Масова частка алюмінія, %	Маса наважки проби, г
Від 0,05 до 0,20 включ.	2,0
Понад 0,2 « 0,5 «	1,0
« 0,5 « 3,0 «	0,5
« 3,0 « 5,0 «	0,25

« 5,0 « 10,0 «	0,15
----------------	------

Солі розчиняють у 5 см³ соляної кислоти при слабкому нагріванні, доливають (40–50) см³ гарячої води й фільтрують розчин на два фільтри «біла стрічка», що містять невелику кількість фільтропаперової маси. Фільтр з осадом промивають 4-5 разів гарячою соляною кислотою, розведеною 1:100, і двічі гарячою водою. Фільтрат зберігають.

Фільтр з осадом вміщують у платиновий тигель, висушують, озолують та прожарюють протягом (7–10) хв за температури від 800°C до 900°C. Тигель із залишком охолоджують, додають (2-3) краплі води, (3-4) краплі сірчаної кислоти, (4-5) см³ фтористоводневої кислоти й обережно випарюють вміст тигля до видалення парів сірчаної кислоти. Потім тигель прожарюють протягом (5-7) хв за температури від 800°C до 900°C, охолоджують, додають від 1,0 г до 1,5 г калію вуглекислого – натрію вуглекислого та сплавляють вміст тигля за температури від 1000°C до 1100°C. Після охолодження тигель зі сплавом вміщують у стакан місткістю від 200 см³ до 250 см³ та вилуговують плав у 50 см³ гарячої води, додають 10 см³ соляної кислоти й розчиняють солі, нагріваючи. Розчин приєднують до первинного фільтрату, упарюють до (70-80) см³, охолоджують і переливають у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

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

Аналізований розчин фільтрують на сухий фільтр «біла стрічка» в суху конічну колбу, відкидаючи перші дві 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 градуовальним графіком.

ДСТУ

8.4.2 Побудова градуювального графіка

У сім стаканів місткістю 250 см³ вміщують наважку карбонільного заліза, відповідну наважці аналізованої проби згідно з таблицею 4. У шість з них послідовно додають (1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0; 15,0) см³ стандартного розчину алюмінію А, що відповідає (0,0010; 0,0030; 0,0050; 0,0070; 0,0010; 0,0015) г алюмінію.

Далі аналізування виконують, як зазначено в 8.4.1. Шостий стакан слугує для контрольного дослідження.

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

Для аналізаторів, які сполучені з комп'ютером процедура градуювання визначається програмним забезпеченням.

8.5 Опрацювання результатів

Масову частку алюмінію X_5 , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_5 = \frac{m \cdot 100}{m_1}, \quad (7)$$

де m – маса алюмінію в аналізованій пробі, визначена за градуювальним графіком, г;

m_1 – маса наважки проби, г.

9 НОРМИ ТОЧНОСТІ

Норми точності й нормативи контролю точності визначення масової частки алюмінію наведено в таблиці 5.

Таблиця 5

У відсотках

Масова частка алюмінію	Границя допустимої похибки результатів аналізування, Δ	Допустима розбіжність			
		двох середніх результатів аналізування, виконаних у різних умовах, D_2	двох одночасних визначень, d_2	трьох одночасних визначень, d_3	результатів аналізування 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	«	0,10	«	0,014	0,018	0,015	0,018	0,009
	0,1		0,2		0,02	0,03	0,02	0,03	0,02
	0,2		0,5		0,04	0,05	0,04	0,05	0,03
	0,5		1,0		0,06	0,08	0,07	0,08	0,04
	1,0		2,0		0,09	0,11	0,09	0,11	0,06
	2,0		5,0		0,14	0,18	0,15	0,18	0,09
	5,0		10,0		0,20	0,25	0,21	0,25	0,13

10 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ОПЕРАТОРА

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.

11 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

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

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

- вибухонебезпечність хлорної кислоти в присутності аміаку, сполук азоту та будь-яких органічних сполук;
- 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: алюміній, атомно-абсорбційний метод, градувальний графік, наважка, сталь, похибка, розчин, фотометричний метод, чавун.

**Генеральний директор
ДП «УкрНТЦ «Енергосталь»**

Д.В. Сталінський

**Керівник розробки,
заст. голови ТК 3,
провідний науковий співробітник
ДП «УкрНТЦ «Енергосталь»**

Н.М. Гриценко

