УДК 669.13.001.4:006.354 Группа В09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СТАЛЬ УГЛЕРОДИСТАЯ И ЧУГУН НЕЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения алюминия

Carbon steel and unalloyed cast iron.
Methods for determination of aluminium

ГОСТ
22536.10—88

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.01.90
до 01.07.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические (при массовой доле алюминия 0,005—0,12 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле алюминия 0,05—0,12 %) методы определения алюминия в углеродистой стали и нелегированном чугуне.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22536.0—87.

1.2. Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности $P=0,95$) не превышает предела Δ, приведенного в табл. 1, при выполнении условий:

расхождение результатов двух (трех) параллельных измерений не должно превышать (при доверительной вероятности $P=0,95$) значения d_2 (d_3), приведенного в табл. 1;

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли алюминия не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое (при доверительной вероятности $P=0,85$) значение δ, приведенное в табл. 1.

При невыполнении одного из вышеуказанных условий проводят повторные измерения массовой доли алюминия. Если и при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, измерения прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

Расхождение двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях (например, при внутрилабораторном контроле воспроизводимости), не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения d_k ; приведенного в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Δ, %	Допускаемые расхождения, %			δ, %
		d_{1k}	d_2	d_3	
От 0,005 до 0,01 включ.	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
Св. 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

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕГО АЛЮМИНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения алюминия с алюминоном (λ_{max}=530 нм) при pH 4,7—5,1 или с хромазуролом *С* (λ_{max}=620 нм) в присутствии поливинилового спирта при pH 5,8—6,7.

Мешающее влияние железа устраняется добавлением аскорбиновой и тиогликолевой кислот.

Ванадий не мешает определению алюминия, если его массовая доля не превышает массовую долю алюминия в три раза. В другом случае влияние ванадия учитывают введением его в растворы для построения градуировочного графика.

Титан не влияет на определение алюминия, если его массовая доля в три раза меньше, чем массовая доля алюминия. В другом случае его отделяют вместе с железом, марганцем, медью и хромом гидроксидом натрия в присутствии хлористого цинка и борной кислоты.

2.2. Определение алюминия с алюминоном

2.2.1. *Аппаратура и реактивы*

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр

pH-метр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или по ГОСТ 14261—77 и разбавленная 1:1, 1:6, 1:20.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—84.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или по ГОСТ 14262—78, разбавленная 1:1 и 1:20.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3, годен в течение одних суток.

Кислота тиогликолевая, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3.

Смесь кислот: смешивают равные объемы растворов аскорбиновой и тиогликолевой кислот.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленная 1:1 и 1:20.

Кислота бензойная, спиртовый раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Железо карбонильное марки ПС по ГОСТ 13610—79, с массовой долей алюминия не более 0,001 % или марки ОСЧ.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78. Раствор готовят следующим образом: 5 г желатина растворяют в 500—600 см³ теплой воды, охлаждают, доводят объем до 1 дм³ водой и перемешивают.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или ГОСТ 18300—87.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³, хранят в посуде из полиэтилена.

Цинк хлористый по ГОСТ 4529—78 раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³; 100 г хлористого цинка растворяют в воде, содержащей 10 см³ соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Алюминон, составной раствор с массовой концентрацией 0,33 г/дм³ 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1 дм³ теплой воды и приливают 80 см³ уксусной кислоты; 1 г алюминона растворяют в 50 см³ воды, содержащей 2—3 капли аммиака (1:20), приливают 20 см³ спиртового раствора бензойной кислоты; все растворы сливают и доводят водой объем до 3 дм³, перемешивают и фильтруют. Раствором можно пользоваться через 2—3 дня после приготовления в течение 3 месяцев.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 18270—72 или по ГОСТ 61—75.

Буферный раствор pH 5: 13,6 г уксуснокислого натрия растворяют в 200 см³ воды. Раствор фильтруют, добавляют 2 см³ уксусной кислоты, доливают водой до 1 дм³ и перемешивают.

Алюминий по ГОСТ 11069—74, марки А999, А995 или А97.

Стандартный раствор алюминия: 0,1000 г алюминия помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 30 см³ соляной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании. Прибавляют несколько капель азотной кислоты (3—4) до прекращения вспенивания и кипятят до удаления окислов азота. Прибавляют 100—150 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, добавляют 30 см³ соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г алюминия.

Ванадия пятиокись, ос. ч.

Раствор ванадия с массовой концентрацией 0,0001 г/дм³: 1,7851 г пятиокиси ванадия помещают в стакан, приливают 50 см³ серной кислоты, нагревают до растворения навески, осторожно прибавляют 5 см³ азотной кислоты, выпаривают до появления паров серной кислоты. Раствор охлаждают, добавляют 200—250 см³ воды, перемешивают, фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 1 дм³, фильтр промывают теплой водой, собирая промывную жидкость в ту же колбу. К раствору приливают 100 см³ серной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Фенолфталеин по НТД, раствор в этиловом спирте с массовой концентрацией 10 г/дм³.

2.2.2. *Проведение анализа*

2.2.2.1. Навеску пробы массой в зависимости от массовой доли алюминия в стали или чугуне в соответствии с табл. 2 помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 20—30 см³ соляной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании. После растворения навески прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и 3—5 капель в избыток. Раствор выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Масса навески, г	Аликвотная часть раствора, см³
От 0,005 до 0,010 включ.	1,0	20
Св. 0,010 » 0,02 »	1,0	10
» 0,02 » 0,06 »	0,5	10
» 0,06 » 0,12 »	0,25	10

Обработку сухого остатка соляной кислотой повторяют.

После охлаждения прибавляют 10 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения солей. К раствору прибавляют 30—40 см³ горячей воды и отфильтровывают нерастворимый осадок на фильтр средней плотности, содержащий немного фильтро-бумажной массы. Осадок промывают 2—3 раза горячей соляной кислотой (1:20) и 2—3 раза горячей водой. Фильтрат сохраняют.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют при 600 °С. Осадок в тигле смачивают 2—3 каплями воды, прибавляют 2—3 капли серной кислоты (1:1), 3—5 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают до удаления паров серной кислоты. К сухому остатку в тигле прибавляют 1 г безводного углекислого натрия и сплавляют при температуре 1000 °С в течение 10—15 мин.

Плав выщелачивают в 20—30 см³ соляной кислоты (1:20). Полученный раствор фильтруют и присоединяют к основному филь-

трату. Объединенный раствор упаривают до 50—60 см³ и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

Если в анализируемой пробе присутствует титан, то его отделяют гидроксидом натрия. Для этого объединенный раствор упаривают до объема 15—20 см³, прибавляют 5 см³ раствора хлористого цинка и 0,7 г борной кислоты. Содержимое стакана нагревают.

Горячий раствор осторожно, небольшими порциями при тщательном перемешивании вливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую горячий раствор гидроксида натрия с массовой концентрацией 200 г/дм³ в количестве 30—40 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. После отстаивания раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности в сухой кварцевый или фторопластовый стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

2.2.2.2. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора в зависимости от массовой доли алюминия в пробе в соответствии с табл. 1, приливают по 2—5 см³ раствора аскорбиновой кислоты или смеси аскорбиновой и тиогликолевой кислот, перемешивают и оставляют на 3—5 мин. Затем приливают 10 см³ буферного раствора, перемешивают, добавляют 8 см³ составного раствора алюминона, 3 см³ раствора желатина, доливают до метки буферным раствором и перемешивают.

В случае отделения алюминия от титана, аликвотную часть щелочного раствора в соответствии с табл. 2 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 1—2 капли фенолфталеина, нейтрализуют 12—15 каплями соляной кислоты (1:1) до изменения окраски индикатора и добавляют в избыток 1 см³ соляной кислоты (1:6), прибавляют 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты или смеси аскорбиновой и тиогликолевой кислот перемешивают и оставляют на 3—5 мин. Затем приливают 10 см³ буферного раствора, перемешивают, добавляют 8 см³ составного раствора алюминона, 3 см³ раствора желатина, доливают до метки буферным раствором и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют через 30 мин на спектрофотометре при длине волны $\lambda = 530$ нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром, имеющим область пропускания 530—540 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Для приготовления раствора контрольного опыта в стакан помещают навеску карбонильного железа, соответствующую навеске пробы и далее ведут анализ как приведено в пп. 2.2.2.1 и 2.2.2.2.

Результаты анализа вычисляют по градуировочному графику или методом сравнения со стандартным образцом, близким по составу к анализируемой пробе и проведенным через все стадии анализа.

2.3. Определение алюминия с хромазуролом С

2.3.1. *Аппаратура и реактивы*

Аппаратура и реактивы по п. 2.2.1 с дополнениями:

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³, хранят в полиэтиленовой посуде.

Спирт поливиниловый по ГОСТ 10779—78, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм³.

Буферный раствор с pH (7,1±0,1):274 г аммония уксуснокислого и 109 г натрия уксуснокислого 3-водного растворяют в 600 см³ воды, фильтруют, доливают водой до 1 дм³ и перемешивают.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, раствор с массовой концентрацией 15 г/дм³; готовят перед применением.

Хромазурол С, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³: 1 г хромазурола помещают в стакан, смачивают водой и растворяют в 6 см³ азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, содержащую 500 см³ этилового спирта и 200 см³ воды, добавляют 50 см³ раствора мочевины и доливают водой до метки. Раствор годен к применению в течение двух недель.

2.3.2. *Проведение анализа*

2.3.2.1. Растворение пробы и подготовку раствора к анализу выполняют как приведено в п. 2.2.2.1.

2.3.2.2. Аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 1 помещают в стакан вместимостью 100 см³, содержащий 3—6 см³ соляной кислоты (1:1) и 10 см³ воды. pH раствора должно быть не более 1,0 (контроль по pH-метру). Затем прибавляют 2—5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и устанавливают pH (1,5±0,1), прибавляя небольшими порциями при перемешивании раствор гидроксида натрия с массовой концентрацией 50 г/дм³. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют при перемешивании 10 см³ раствора хромазурола С, 5 см³ раствора поливинилового спирта и 20 см³ буферного раствора. Разбавляют водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют через 30 мин на спектрофотометре при длине волны 620 нм или на фотоэлектроколориметре с сине-зеленым светофильтром, имеющим область пропускания 590—625 нм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Для приготовления раствора контрольного опыта в стакан помещают навеску карбонильного железа, соответствующую навеске пробы и далее анализ выполняют, как указано выше по пп. 2.2.2.1 и 2.3.2.2.

Результаты анализа вычисляют по градуировочному графику или методом сравнения со стандартным образцом, близким по составу к анализируемой пробе и преведенным через все стадии анализа.

2.4. Построение градуировочного графика

В восемь стаканов вместимостью 200 см³ помещают навески карбонильного железа, соответствующие навеске анализируемой пробы в соответствии с табл. 2. В семь из них добавляют последовательно 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 см³ стандартного раствора хлористого алюминия, что соответствует 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030; 0,00035 г алюминия.

В случае присутствия в анализируемой пробе ванадия в стаканы добавляют раствор ванадия в количестве, соответствующем содержанию его в навеске анализируемой пробы.

Восьмой стакан служит для проведения контрольного опыта. Во все стаканы приливают по 20—30 см³ соляной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании. Далее анализ выполняют как указано в п. 2.2.2 при применении алюминона или в п. 2.3.2 при выполнении анализа с хромазуролом *С*.

По найденным величинам оптической плотности и соответствующим значениям массы алюминия строят градуировочный график. Допускается построение градуировочного графика в координатах: оптическая плотность — массовая доля алюминия.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю алюминия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, г.

2.5.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли алюминия приведены в табл. 1.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ КИСЛОТОРАСТВОРИМОГО

3.1. Сущность метода

Метод основан на разложении навески стали в разбавленной серной кислоте при слабом нагревании для наиболее полного разделения кислоторастворимого алюминия и алюминия, входящего в состав включений, растворимость которых зависит от концентрации кислоты и температуры растворения.

Алюминий кислоторастворимый определяют фотометрическим методом с алюминоном или с хромазуролом *С*.

3.2. Аппаратура и реактивы

Аппаратура, реактивы и растворы по пп. 2.2.1 и 2.3.1.

3.3. Проведение анализа

Навеску стали массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ серной кислоты (1:20) и накрыв колбу часовым стеклом растворяют на водяной бане при температуре 50—60 °С.

После полного разложения навески прибавляют немного беззольной фильтро-бумажной массы, разбавляют раствор водой до 50 см³ и фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок и фильтр промывают 8—10 раз горячей водой. Фильтр с осадком отбрасывают. Фильтрат охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Если в анализируемой пробе присутствует титан, то его отделяют гидроксидом натрия. Для этого раствор после растворения навески фильтруют в стакан вместимостью 200—300 см³ через фильтр средней плотности. Осадок и фильтр промывают 8—10 раз горячей водой. Фильтр с осадком отбрасывают. Содержимое стакана нагревают, окисляют железо, прибавляя 2—3 см³ азотной кислоты, раствор упаривают до объема 15—20 см³, прибавляют 5 см³ раствора хлористого цинка и 0,7 г борной кислоты.

Горячий раствор осторожно, небольшими порциями, при тщательном перемешивании вливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую горячий раствор гидроксида натрия с массовой концентрацией 200 г/дм³ в количестве 30—50 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. После отстаивания раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности в сухой кварцевый стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

Далее анализ выполняют в соответствии с п. 2.2.2.2 при использовании алюминона или с п. 2.3.2.2 при использовании хромазурола *С*.

3.4. Построение градуировочного графика

В восемь конических колб вместимостью 100 см³ помещают по 1 г карбонильного железа. В семь из них последовательно добавляют 0,3; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора хлористого алюминия, что соответствует 0,00003; 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030 г алюминия. Восьмая колба служит для проведения контрольного опыта.

В случае присутствия в анализируемой пробе ванадия в колбы добавляют раствор ванадия в количестве, соответствующем содержанию его в навеске анализируемой пробы.

Во все колбы приливают 30 см³ серной кислоты (1:20) и, накрыв колбы часовым стеклом, растворяют на водяной бане при температуре 50—60 °С. Далее анализ выполняют как указано выше в п. 3.3. Допускается построение градуировочного графика в координатах: оптическая плотность — массовая доля.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю кислоторастворимого алюминия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса навески пробы, г.

3.5.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли алюминия приведены в табл. 1.

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении при λ=309,3 нм степени поглощения резонансного излучения свободными атомами алюминия, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламени закись азота — ацетилен.

4.2. Аппаратура и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с пламенным атомизатором.

Лампа с полым катодом для определения алюминия.

Баллон с ацетиленом по ГОСТ 5457—75.

Баллон с закисью азота.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или по ГОСТ 14261—77 и разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Калий-натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

Соль динатриевая этилендиамин-*N*, *N*, *N'*, *N'*-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74, марки А999, А995, А99, А97.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 0,5 г металлического алюминия помещают в стакан вместимостью 250—300 см³ и растворяют при умеренном нагревании в 40—50 см³ соляной кислоты (1:1). Осторожно по каплям прибавляют 5—7 см³ азотной кислоты и кипятят до удаления окислов азота. Затем приливают 100—150 см³ горячей воды, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г алюминия.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора Б содержит 0,0001 г алюминия.

4.3. Подготовка прибора

Прибор готовят в соответствии с прилагаемой инструкцией. Настраивают спектрофотометр на резонансную линию 309,3 нм. После включения системы подачи газов и зажигания горелки в пламя распыляют воду и устанавливают нулевое показание прибора.

4.4. Проведение анализа

4.4.1. Навеску стали или чугуна массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³ и растворяют при нагревании в 20—50 см³ соляной кислоты. Затем осторожно, по каплям, прибавляют 5—10 см³ азотной кислоты. Раствор выпаривают досуха. Соли растворяют в 5 см³ соляной кислоты при слабом нагревании, добавляют 40—50 см³ горячей воды и фильтруют раствор через два фильтра «белая лента» с добавлением фильтро-бумажной массы. Фильтр с осадком промывают несколько раз горячей соляной кислотой (1:100) и два-три раза горячей водой. Фильтрат сохраняют.

Фильтр с осадком помещают в платиновой тигель, высушивают, озоляют и прокаливают в течение 7—10 мин при 800—900 °С.

Тигель охлаждают, прибавляют несколько капель воды, 3—4 капли серной кислоты, 4—5 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты.

Затем тигель прокаливают в течение 5—7 мин при 800—900 °С, охлаждают, добавляют 1—1,5 г углекислого калия-натрия и сплавляют содержимое тигля при 1000—1100 °С. После охлаждения плав выщелачивают горячей водой, добавляют 10 см³ соляной кислоты и растворяют при нагревании.

Раствор присоединяют к первоначальному фильтрату, упаривают до 20—30 см³, добавляют 10 см³ раствора трилона Б, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³.

Допускается другое разбавление раствора таким образом, чтобы окончательная концентрация алюминия находилась в диапазоне, соответствующем прямолинейному участку градуировочного графика.

Раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента», отбрасывая первые две порции фильтрата.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Распыляют контрольный и испытуемые растворы в порядке увеличения абсорбции до получения стабильных показаний для каждого раствора. Перед введением в пламя каждого анализируемого раствора распыляют воду для промывания системы и проверки нулевого показания прибора.

Из среднего значения абсорбции каждого из анализируемых растворов вычитают среднее значение абсорбции контрольного опыта.

Результаты анализа вычисляют по градуировочному графику.

4.4.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть стаканов вместимостью 250—300 см³ помещают по 1 г карбонильного железа. В пять из них добавляют 5; 7; 9; 10; 12 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0005; 0,0007; 0,0009; 0,0010; 0,0012 г алюминия. Далее поступают как приведено в п. 4.4.1.

Шестой стакан служит для проведения контрольного опыта.

Растворы распыляют в порядке увеличения абсорбции, начиная с контрольного раствора. Перед распылением каждого раствора распыляют воду. Из среднего значения абсорбции каждого раствора вычитают среднее значение абсорбции контрольного раствора. По найденным величинам абсорбции растворов и соответствующим им значениям массы алюминия строят градуировочный график.

4.5. Обработка результатов

4.5.1. Массовую долю алюминия (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

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

m_1 — масса навески пробы, г.

4.5.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли алюминия приведены в табл. 1.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Д. К. Нестеров, канд. техн. наук; **С. И. Рудюк,** канд. техн. наук; **С. В. Спирина,** канд. хим. наук (руководитель темы); **В. Ф. Коваленко,** канд. техн. наук; **Н. Н. Гриценко,** канд. хим. наук; **А. М. Моисеева; Л. И. Березовая**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.08.88 № 3018

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 22536.10—77**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 61—75	2.2.1	ГОСТ 6691—77	2.3.1
ГОСТ 83—79	2.2.1	ГОСТ 9656—75	2.2.1
ГОСТ 199—78	2.2.1	ГОСТ 10484—78	2.2.1, 4.2
ГОСТ 3117—78	2.2.1	ГОСТ 10652—78	4.2
ГОСТ 3118—77	2.2.1, 4.2	ГОСТ 10779—73	2.3.1
ГОСТ 3760—79	2.2.1	ГОСТ 11069—74	2.2.1, 4.2
ГОСТ 4204—77	2.2.1, 4.2	ГОСТ 11125—84	2.2.1
ГОСТ 4328—77	2.2.1, 2.3.1	ГОСТ 11293—78	2.2.1
ГОСТ 4332—76	4.2	ГОСТ 13610—79	2.2.1
ГОСТ 4461—77	2.2.1, 4.2	ГОСТ 14261—77	2.2.1, 4.2
ГОСТ 4529—78	2.2.1	ГОСТ 14262—78	2.2.1
ГОСТ 5457—75	4.2	ГОСТ 18270—72	2.2.1
ГОСТ 5962—67	2.2.1	ГОСТ 18300—87	2.2.1
		ГОСТ 22536.0—87	1.1

gost.e-ecolog.ru