ГОСТ 21639.2—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ ДЛЯ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом ТК 145 «Методы контроля металлопродукции»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 17 февраля 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменгосстандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 14.06.95 № 297 межгосударственный стандарт ГОСТ 21639.2—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1996 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 21639.2—76

© ИПК Издательство стандартов, 1995

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

СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Титриметрический метод 2
4.1 Сущность метода 2
4.2 Реактивы и растворы 2
4.3 Подготовка к анализу 5
4.4 Проведение анализа 6
4.5 Обработка результатов 8
5 Титриметрический ускоренный метод 9
5.1 Сущность метода 9
5.2 Реактивы и растворы 9
5.3 Проведение анализа 9
5.4 Обработка результатов 10
6 Атомно-абсорбционный метод 10
6.1 Сущность метода 10
6.2 Аппаратура, реактивы 10
6.3 Проведение анализа 11
6.4 Обработка результатов 12

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Флюсы для электрошлакового переплава

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ

Fluxes for electroslag remelting.
Methods for determination of aluminium oxide

Дата введения 1996—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает титриметрические и атомно-абсорбционный методы определения окиси алюминия в флюсах для электрошлакового переплава при массовой доле от 1 до 60 %.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 2053—77 Натрий сернистый 9-водный. Технические условия

ГОСТ 3117—78 Аммоний уксусно-кислый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Аммоний фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4332—76 Калий углекислый — натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4463—76 Натрий фтористый. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 5822—78 Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 5962—67 Спирт этиловый ректификованный. Технические условия

ГОСТ 7172—76 Калий пиросернокислый. Технические условия

ГОСТ 9656—75 Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 21639.0—93 Флюсы для электрошлакового переплава. Общие требования к методам анализа.

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 21639.0.

4 ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1 **Сущность метода**

Метод основан на образовании в слабокислой среде комплексного соединения алюминия с трилоном Б и титровании его избытка раствором уксуснокислого цинка.

Мешающие определению элементы (железо, титан и др.) предварительно отделяют гидроокисью натрия, небольшие количества марганца, никеля связывают сернистым натрием.

4.2 **Реактивы и растворы**

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, растворы с массовой концентрацией 10 и 200 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1, 1:5, 5:95.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Смесь для сплавления: две части калия углекислого — натрия углекислого смешивают с одной частью борной кислоты.

Кислота хлорная, квалификации х. ч., раствор с массовой концентрацией 1510 г/дм³ и разбавленная 1:1.

Кислота хлорная, насыщенная борной кислотой: в коническую колбу вместимостью 1 дм³ приливают 500 см³ хлорной кислоты (1:1), нагревают до 50 °С и насыщают борной кислотой.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы с массовой концентрацией 100 и 200 г/дм³.

Индикатор конго красный, водный раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³.

Индикатор метиловый красный, спиртовый раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Буфер уксуснокислый: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в воде, добавляют 20 см³ ледяной уксусной кислоты, перемешивают и доводят до объема 1 дм³.

Уротропин (гексаметилентетрамин), раствор с массовой концентрацией 500 г/дм³.

Натрий сернистый по ГОСТ 2053, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962 или ГОСТ 18300.

Дитизон, спиртовый раствор с массовой концентрацией 4 г/дм³ (хранят в темном месте не более 2—3 суток).

Индикатор ксиленоловый оранжевый: 0,1 г индикатора растирают с 10 г хлористого натрия.

Бумага индикаторная универсальная.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, растворы с молярной концентрацией 0,0125 или 0,025 моль/дм³: 2,74 или 5,48 г уксуснокислого цинка растворяют в 500 см³ воды и добавляют 5 см³ ледяной уксусной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Алюминий металлический марки А000 по ГОСТ 11069.

Стандартный раствор алюминия: 1 г металлического алюминия растворяют в 30 см³ соляной кислоты (1:1) при слабом нагревании. После полного растворения алюминия раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,00189 г окиси алюминия.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, растворы с молярн-

ной концентрацией 0,0125 или 0,025 моль/дм³; 4,65 или 9,3 г трилона Б растворяют в 250—300 см³ воды. Раствор отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают по стандартному раствору окиси алюминия. Для установления массовой концентрации трилона Б в три конические колбы вместимостью по 250 см³ приливают 5 см³ стандартного раствора окиси алюминия, 50 см³ воды, 5 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 100 г/дм³, 20 см³ трилона Б и нейтрализуют соляной кислотой (1:1) по конго красному до перехода окраски из красной в сине-фиолетовую. К нейтрализованному раствору приливают по 20 см³ уксуснокислого буфера, кипятят 2—3 мин, охлаждают, добавляя по 0,2—0,3 г ксиленолового оранжевого или 3 см³ дитизона, и титруют уксуснокислым цинком до резкого перехода окраски из желтой в малиново-красную.

Массовую концентрацию трилона Б (Т), выраженную в г окиси алюминия на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{CV_1}{V_2 - V_3 \cdot K}, \qquad (1)$$

где C — массовая концентрация окиси алюминия в стандартном растворе, г/см³;

V_1 — объем стандартного раствора окиси алюминия, см³;

V_2 — объем трилона Б, взятый для титрования с избытком, см³;

V_3 — объем уксуснокислого цинка, израсходованный на обратное титрование избытка трилона Б, см³;

K — соотношение растворов трилона Б и уксуснокислого цинка.

Для установления соотношения K в три конические колбы вместимостью по 250 см³ вливают из бюретки 10 см³ трилона Б, 50 см³ воды, 5 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Раствор нейтрализуют соляной кислотой (1.1) по конго красному до перехода окраски из красной в сине-фиолетовую. Добавляют по 20 см³ уксуснокислого буфера, 0,2—0,3 г ксиленолового оранжевого или 3 см³ дитизона и титруют уксуснокислым цинком.

Соотношение (K) рассчитывают по формуле

$$K = \frac{V_2}{V_3}, \qquad (2)$$

где V_2 — объем трилона Б, взятый для титрования, см³;

V_3 — объем уксуснокислого цинка, см³.

Необходимые условия для определения алюминия:

1) фтор-ион должен быть полностью отогнан многократным выпариванием с хлорной или серной кислотой;

2) щелочь не должна содержать углекислый натрий;

3) при нейтрализации гидроокись натрия необходимо приливать тонкой струей при энергичном перемешивании.

4.3 **Подготовка к анализу**

4.3.1 Разложение флюса сплавлением

Навеску флюса массой 0,5 г смешивают в платиновом тигле с 5 г смеси для сплавления, сверху пробу присыпают 0,5 г смеси. Тигель закрывают крышкой и сплавляют при температуре 950– 1000 °С в течение 15 мин, охлаждают, помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 150 см³ воды, 20 см³ соляной кислоты и нагревают до полного растворения плава. Тигель и крышку обмывают водой над стаканом.

К охлажденному раствору осторожно приливают 40 см³ серной кислоты (1:1), нагревают до появления густых белых паров, охлаждают, стенки стакана обмывают водой и вновь выпаривают до обильных паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, прибавляют 30 см³ соляной кислоты, 200—250 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Если флюс содержит кремний и нерастворимые частицы пробы, их отфильтровывают, фильтр помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при температуре 1000—1100 °С. Осадок смачивают 2—3 каплями воды, добавляют 3—4 капли серной кислоты (1:1), 3 –5 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают содержимое тигля до удаления паров серной кислоты.

Сплавляют с 10-кратным количеством пиросернокислого калия, выщелачивают плав в 60—80 см³ горячей воды в стакане вместимостью 250 –300 см³, приливают 30 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения плава. Раствор охлаждают, соединяют с основным в мерной колбе вместимостью 500 см³, доводят до метки водой, перемешивают. Из этого раствора определяют окись кальция, окись магния, общее железо.

Удаление фтора допускается проводить из отдельных аликвотных частей вместо выпаривания всей навески.

4.3.2 Разложение флюса хлорной кислотой

Навеску флюса массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, добавляют 5 см³ азотной кислоты, нагревают в течение 5—7 мин, приливают 5—10 см³ фтористоводородной кислоты, затем добавляют 10 см³ хлорной кислоты и выпаривают до

появления обильных паров. Обмывают водой стенки чашки, приливают 10 см³ хлорной кислоты, насыщенной борной кислотой, и выпаривают досуха. Сухой остаток осторожно нагревают вначале в холодной части муфеля, затем прокаливают при температуре 750—800 °С в течение 2—3 мин. Прокаленный остаток сплавляют с 4—5 г пиросернокислого калия при 750—800 °С в течение 3—5 мин. В чашку приливают 30 см³ соляной кислоты и 50 см³ горячей воды, слегка нагревают содержимое чашки, переводят в стакан вместимостью 400—500 см³, чашку хорошо обмывают горячей водой. В стакан доливают горячей воды до 300—350 см³ и нагревают до полного растворения солей. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Если в пробе содержится барий, раствор может быть слегка мутноват. Из этого раствора отбирают аликвотные части и определяют содержание окиси алюминия, окиси кальция, окиси магния, общего железа.

4.4 Проведение анализа

4.4.1 Отделение полуторных окислов уротропином

Аликвотную часть 200 см³ основного раствора помещают в стакан вместимостью 400—500 см³, добавляют 20 см³ раствора хлористого аммония с массовой концентрацией 200 г/дм³, нагревают до температуры 70—80 °С, устанавливают pH 2—3 (по универсальной индикаторной бумаге) или на pH-метре, подготовив пробу нейтрализацией по метиловому красному раствором аммиака до выпадения осадка и изменения окраски; избыток аммиака нейтрализуют соляной кислотой 1:5 до растворения выпавшего осадка полуторных окислов, затем добавляют 30 см³ уротропина. Выпавшему осадку гидроокисей дают постоять при температуре 70—80 °С в течение 5—10 мин, после чего фильтруют на фильтр средней плотности и промывают 5—6 раз раствором хлористого аммония с массовой концентрацией 10 г/дм³, нейтрализованным по метиловому красному аммиаком. Фильтрат используют для определения содержания окиси кальция и окиси магния, а осадок — для определения содержания окиси алюминия.

4.4.2 Отделение полуторных окислов аммиаком

Аликвотную часть 200 см³ основного раствора помещают в стакан вместимостью 400—500 см³, добавляют 20 см³ раствора хлористого аммония с массовой концентрацией 200 г/дм³; нагревают до температуры 70—80 °С, добавляют 1—2 капли метилового красного и осаждают полуторные окислы аммиаком (1:1), добавляя

его до изменения окраски индикатора (или до слабого запаха). Для коагуляции осадка раствор нагревают в течение 3—5 мин, затем фильтруют на фильтр средней плотности, промывают 3—4 раза горячим раствором хлористого аммония с массовой концентрацией 10 г/дм³, нейтрализованным по метиловому красному аммиаком. Осадок полуторных окислов смывают с фильтра горячей водой в стакан, в котором проводилось осаждение, и растворяют в 20 см³ горячей соляной кислоты (1:1), нагревают до кипения и повторно осаждают полуторные окислы аммиаком, как указано выше.

Осадок фильтруют через тот же фильтр, промывают 5—6 раз горячим раствором хлористого аммония с массовой концентрацией 10 г/дм³. Фильтраты объединяют и используют для определения окиси кальция и окиси магния.

4.4.3 Осадок полуторных окислов смывают в стакан, в котором проводилось осаждение, фильтр обмывают 20 см³ горячей соляной кислоты (1:1), затем хорошо смывают горячей водой. Общий объем раствора должен быть 60—70 см³. Раствор нагревают до кипения (полного растворения осадка) и нейтрализуют горячим раствором гидроокиси натрия с массовой концентрацией 200 г/дм³ по бумаге конго при перемешивании до перехода окраски в красный цвет, затем тонкой струей при энергичном перемешивании приливают в избыток 35—40 см³ горячей гидроокиси натрия и 0,5 см³ раствора сернистого натрия. Раствор кипятят 3—4 мин для коагуляции осадка железа, титана и охлаждают. Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и хорошо перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Аликвотную часть фильтрата и количество добавляемого раствора трилона Б определяют в зависимости от содержания в нем алюминия по таблицам 1 и 2.

Таблица 1 — **Объем раствора трилона Б при массовой доле окиси алюминия до 5 %**

Массовая доля окиси алюминия, %	Аликвотная часть анализируемого раствора, см³	Объем раствора 0,0125 моль/дм³ трилона Б, см³
До 2 включ.	100	10
Св. 2 до 3 »	100	15
» 3 » 4 »	100	20
» 4 » 5 »	100	20

Таблица 2 — **Объем раствора трилона Б при массовой доле окиси алюминия от 5 до 60 %**

Массовая доля окиси алюминия, %	Аликвотная часть анализируемого раствора, см³	Объем раствора 0,025 моль/дм³ трилона Б, см³
До 5 включ	*100*	*10*
Св. 5 до 10 »	100	20
» 10 » 20 »	100	25
» 20 » 25 »	100	35
» 25 » 30 »	100	45
» 30 » 40 »	50	35
» 40 » 50 »	50	40
» 50 » 60 »	50	50

Раствор нейтрализуют соляной кислотой по конго красному до перехода окраски из красной в сине-фиолетовую, приливают 20 см³ уксуснокислого буфера, кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают, добавляют 0,2—0,3 г ксиленолового оранжевого или 3 см³ дитизона. Избыток трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка с молярной концентрацией 0,0125 или 0,025 моль/дм³ до резкого перехода окраски раствора из желтой в малиново-красную. Через весь анализ проводят контрольный опыт.

4.5 **Обработка результатов**

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

$$X = \frac{T(V - V_1K) \cdot 100}{m}, \qquad (3)$$

где T — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г окиси алюминия на 1 см³ раствора;

V — объем титрованного раствора трилона Б, взятый с избытком, см³;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см³;

K — соотношение растворов трилона Б и уксуснокислого цинка;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.5.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли окиси алюминия приведены в таблице 3.

Таблица 3 — **Нормативы контроля точности определения массовой доли окиси алюминия**

Массовая доля окиси алюминия, %	Допускаемые расхождения, %				
	погрешности результатов анализа, Δ	двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 1 до 2 включ	0,13	0,16	0,14	0,17	0,08
Св 2 » 5 »	0,2	0,3	0,2	0,3	0,1
Св. 5 » 10 »	0,3	0,4	0,3	0,4	0,2
» 10 » 20 »	0,4	0,5	0,4	0,5	0,3
» 20 » 50 »	0,7	0,8	0,7	0,8	0,4
» 50 » 60 »	0,9	1,2	1,0	1,2	0,6

5 ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ УСКОРЕННЫЙ МЕТОД

5.1 Сущность метода

Ускоренный титриметрический метод определения окиси алюминия применяется для флюсов с массовой долей железа до 0,5 % и несодержащих титана.

Метод заключается в кипячении кислого раствора с избытком трилона Б.

Кислотность раствора понижают добавлением аммиака и буферного раствора, избыток трилона Б оттитровывают уксуснокислым цинком. Трилонат алюминия разрушают добавлением фтористого натрия. При нагревании алюминий переходит в более прочное фтористое соединение. Освободившийся трилон Б оттитровывают уксуснокислым цинком.

5.2 **Реактивы и растворы** — по 4.2 с дополнением.

Массовую концентрацию уксуснокислого цинка устанавливают по стандартному раствору окиси алюминия. Для этого стандартный раствор окиси алюминия в количестве, соответствующем массе его в навеске анализируемого образца, помещают в колбу. Далее определение ведут по 5.3.

5.3 Проведение анализа

Аликвотную часть 50—100 см^3 основного раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют из бюретки 10—50 см^3 раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,0125 или 0,025 моль/дм^3 (в зависимости от массовой доли алюминия), нейтрализуют аммиаком по конго красному до перехода окраски

из красной в сине-фиолетовую, добавляют 20 см³ уксуснокислого буфера, кипятят 2—3 мин, при содержании окиси алюминия более 30 % кипячение необходимо продлить до 7—8 мин. Раствор охлаждают, добавляют 0,2—0,3 г ксиленолового оранжевого или 2 см³ дитизона, избыток трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка с молярной концентрацией 0,0125 или 0,025 моль/дм³ до резкого перехода окраски раствора из желтой в малиново-красную. Добавляют 80 см³ фтористого натрия, нагревают до перехода окраски раствора из розовой в желтую. Раствор охлаждают, добавляют 0,1 г ксиленолового оранжевого или 2 см³ дитизона. Освободившийся трилон Б от трилоната алюминия оттитровывают раствором уксуснокислого цинка с молярной концентрацией 0,0125 или 0,025 моль/дм³.

Через весь анализ проводят контрольный опыт.

5.4 **Обработка результатов**

5.4.1 Массовую долю окиси алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T(V - V_1) \cdot 100}{m}, \qquad (4)$$

где T — массовая концентрация уксуснокиского цинка, выраженная в г окиси алюминия, на 1 см³ раствора;

V — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование трилона Б, освободившегося от трилоната алюминия после добавления фтористого натрия, см³;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта после добавления фтористого натрия, см³;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

5.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли окиси алюминия приведены в таблице 3.

6 АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

6.1 **Сущность метода**

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

6.2 **Аппаратура, реактивы**

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любого типа с источником излучения для алюминия.

Печь муфельная с температурой нагрева до 1000 °С.

Ацетилен растворенный по ГОСТ 5457. Закись азота газообразная. Компрессор с ресивером, обеспечивающий подачу сжатого воздуха, или баллон со сжатым воздухом, или сжатый воздух из воздухопровода с давлением на входе в спектрофотометр не менее 2 атм.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Остальные реактивы и растворы — по 4.2.

6.3 **Проведение анализа**

6.3.1 Навеску флюса массой 0,5 г помещают в платиновый тигель, смешивают с 5 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при температуре 950—1000 °С в течение 15 мин. Охлажденный тигель помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ горячей воды, 10 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения солей. Тигель удаляют из стакана и обмывают водой. Если раствор непрозрачный, его фильтруют через плотный фильтр, промывают 2—3 раза горячей соляной кислотой (5:95) и 3—4 раза горячей водой. Фильтр помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и остаток сплавляют с 1,5—2,0 г пиросернокислого калия. Охлажденный плав выщелачивают в 60 см³ горячей соляной кислоты (1:5). Раствор присоединяют к основному фильтрату. Объединенный фильтрат выпаривают до влажных солей, приливают 30 см³ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, затем приливают 60 см³ воды, 10 см³ раствора желатина, перемешивают, дают постоять в теплом месте 5—7 мин и фильтруют кремниевую кислоту через фильтр средней плотности в коническую колбу вместимостью 250 см³. Осадок промывают 3—4 раза горячей соляной кислотой (5:95) и 5—6 раз горячей водой. Раствор выпаривают до объема 70—80 см³, охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

В зависимости от массовой доли окиси алюминия отбирают аликвотную часть раствора в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4 — **Объем аликвотной части раствора**

Массовая доля окиси алюминия, %	Объем аликвотной части, см³
От 1 до 5 включ	50
Св. 5 » 20 »	25
» 20 » 30 »	20
» 30 » 60 »	10

Аликвотную часть раствора помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, выпаривают до влажных солей, приливают 4 см³ соляной кислоты, 15—20 см³ воды и нагревают до полного растворения солей. Охлажденный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой, перемешивают. Через весь ход анализа проводят контрольный опыт.

Распыляют раствор контрольного опыта и раствор анализируемой пробы в пламя закись азота — ацетилен в порядке увеличения абсорбции до получения стабильных показаний для каждого раствора. Перед распылением каждого раствора распыляют воду для промывания системы и проверки нулевой точки. Измеряют атомную абсорбцию алюминия при длине волны 309,3 нм

После вычитания значения атомной абсорбции раствора контрольного опыта из значения атомной абсорбции раствора анализируемой пробы находят массу алюминия в растворе анализируемой пробы по градуировочному графику (в пересчете на окись алюминия).

6.3.2 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в семь платиновых тиглей помещают по 5 г смеси для сплавления и проводят анализ по 6.3.1.

В шесть конических колб с аликвотной частью плава приливают 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0 см³ стандартного раствора алюминия, что соответствует 0,000945; 0,00189; 0,00472; 0,00945; 0,018895; 0,02834 г окиси алюминия, по 4 см³ соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Седьмая колба, не содержащая стандартный раствор, служит для проведения контрольного опыта. Измерение абсорбции полученных растворов проводят по 6.3.1.

6.4 **Обработка результатов**

6.4.1 Массовую долю окиси алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \qquad (5)$$

где m_1 — масса окиси алюминия в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, г.

6.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли окиси алюминия приведены в таблице 3.

УДК 66.046.52:546.621—31:006.354 ОКС 71.040.040 В09 ОКСТУ 0709

Ключевые слова: флюсы, электрошлаковый переплав, методы определения окиси алюминия, титриметрический метод, атомно-абсорбционный метод, реактивы, растворы, массовая доля

gost.e-ecolog.ru