УДК 669.15'26—198:546.621.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 21600.18—83

(СТ СЭВ 3613—82)

ФЕРРОХРОМ

Методы определения общего алюминия

Ferrochrome. Methods for the determination of total aluminium

ОКП 08 4000

Взамен ГОСТ 13400.8—74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 апреля 1983 г. № 2123 срок действия установлен

с 01.07.84
до 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические (с хромазуролом S и алюминоном) и атомно-абсорбционный методы определения общего алюминия в феррохроме (при массовой доле алюминия от 0,02 до 0,80%).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3613—82.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба — по ГОСТ 24991—81 и ГОСТ 23176—78 с дополнениями, указанными в табл. 1.

Таблица 1

Группа феррохрома по ГОСТ 4757—79	Приготовление пробы
Низкоуглеродистый, среднеуглеродистый и азотированный с массовой долей азота менее 4%	Стружка, толщиной 0,1—0,2 мм, размельченная в агатовой ступке до крупности частиц, проходящих через сито с сеткой № 1,6 по ГОСТ 6613—73
Углеродистый и азотированный с массовой долей азота 4% и более	Тонкий порошок с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 008 по ГОСТ 6613—73

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ ХРОМАЗУРОЛА S

2.1. Сущность метода

Метод основан на кислотном растворении феррохрома с последующим доплавлением нерастворимого остатка, образовании окрашенного в сине-фиолетовый цвет соединения алюминия с хромазуролом S в уксуснокислом буферном растворе при pH 5—6. Мешающие компоненты отделяют раствором гидроокиси натрия после отгонки основной массы хрома в виде хлористого хромила.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота хлорная плотностью 1,53 или 1,67 г/см^3.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота аскорбиновая, 1%-ный свежеприготовленный раствор.

Натрий пиросернокислый по ГОСТ 4166—76 или калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78, 27%-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—75, 5 и 25%-ный растворы. Растворы приготовляют и хранят в полэтиленовой посуде.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 0,1%-ный спиртовой раствор.

Железо металлическое с массовой долей алюминия не более 0,005%.

Железо хлорное, 4%-ный раствор: 10 г железа растворяют в 80 см^3 соляной кислоты (1 : 1), прибавляют по каплям азотную кислоту до полного окисления железа и кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Хромазурол S, 0,1%-ный раствор: 0,1 г реактива растворяют при слабом нагревании в 50 см^3 воды. Для лучшего растворения добавляют 10—15 см^3 этилового спирта. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Хранят в темной склянке в прохладном месте. Срок хранения 6—7 дней.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Спирт пропиловый.

Спирт поливиниловый по ГОСТ 10779—78, раствор: 4 г поливинилового спирта растворяют при нагревании до кипения в 10 см^3 пропилового спирта и 70 см^3 воды, фильтруют через ватный тампон в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой. Раствор необходимо использовать в течение суток.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 0,1000 г алюминия растворяют при нагревании в 20 см³ соляной кислоты (1 : 1). По окончании растворения прибавляют несколько капель азотной кислоты, раствор кипятят до прекращения выделения окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе А равна 0,0002 г/см³.

Раствор Б: 20 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе Б равна 0,00004 г/см³.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску феррохрома массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют при нагревании в 30 см³ соляной кислоты. Затем прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора. Раствор охлаждают и прибавляют 30 см³ хлорной кислоты. Стакан с содержимым нагревают до появления обильных паров хлорной кислоты и образования солей шестивалентного хрома красновато-оранжевого цвета. Для удаления основной массы хрома прибавляют по каплям соляную кислоту и отгоняют хром в виде красно-бурых паров хлористого хромила.

Выпаривание до паров хлорной кислоты и отгонку хрома соляной кислотой повторяют несколько раз до прекращения выделения паров хлористого хромила. Затем приливают 1—2 см³ соляной кислоты и нагревают 1—2 мин. После охлаждения прибавляют 100 см³ воды, нагревают до полного растворения солей, фильтруют через плотный фильтр, содержащий фильтробумажную массу и промывают остаток на фильтре 6—8 раз горячей соляной кислотой (1 : 100) — и 2—3 раза горячей водой. Фильтрат сохраняют (основной раствор).

Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, сушат, озоляют и прокаливают при температуре 600—700°С до полного выгорания углерода фильтра. Охладив тигель, прибавляют 3—4 капли разбавленной серной кислоты, 5—6 см³ раствора фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха, затем прокаливают при температуре 600—700°С, прибавляют 1 г пиросернокислого калия или натрия и сплавляют при температуре 650—700°С.

Плав выщелачивают в кислотном фильтрате (основной раствор) при нагревании. Тигель вынимают из стакана, тщательно обмывают водой, собирая промывные воды в тот же стакан.

Выпавший осадок хлорнокислого калия не мешает анализу.

Раствор, объемом 100—120 см³, нейтрализуют 25%-ным раствором гидроокиси натрия до начала выделения гидроокиси железа, а затем тонкой струей, при перемешивании, переносят в кварцевую или тефлоновую коническую колбу вместимостью 250 см³, содержащую 40 см³ горячего 25%-ного раствора гидроокиси натрия и кипятят 1 мин. После охлаждения раствор из конической колбы вместе с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, разбавляют до метки водой и вновь переносят в кварцевую или тефлоновую колбу. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, собирая фильтрат в колбу из пластмассы. Первые порции фильтрата отбрасывают.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 25 см³ отфильтрованного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают аликвотную часть анализируемого раствора согласно табл. 2, добавляют одну каплю раствора фенолфталеина и нейтрализуют соляной кислотой (1 : 1) до обесцвечивания окраски индикатора.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Объем аликвотной части анализируемого раствора, см
От 0,02 до 0,10 включ.	25
Св. 0,10 » 0,50 »	10
» 0,50 » 0,80 »	5

Добавляют по каплям 5%-ный раствор гидроокиси натрия до появления фиолетовой окраски раствора, затем последовательно приливают 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 5 см³ раствора соляной кислоты (1 : 100), воду до объема примерно 50 см³ (pH раствора должно быть 2), 5 см³ раствора поливинилового спирта, 2 см³ раствора хромалурола S, 5 см³ раствора уксуснокислого натрия (pH раствора должен быть 5—6), доливают водой до метки и перемешивают.

Через 40 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 545 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания 510—560 нм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта, приготовленный согласно п. 2.3.1 с добавлением 1,8 см³ раствора хлорного железа.

Массовую долю алюминия находят по градуировочному графику.

2.3.2. *Построение градуировочного графика (при массовой доле алюминия от 0,02 до 0,10%)*

В шесть конических колб вместимостью по 250 см³ наливают по 100 см³ воды и по 1,8 см³ раствора хлорного железа. Затем в

пять колб последовательно добавляют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б алюминия.

Растворы нагревают и при перемешивании вливают тонкой струей в конические кварцевые или тефлоновые колбы вместимостью по 250 см³, в которых находится по 40 см³ 25%-ного раствора гидроокиси натрия, нагревают до кипения и охлаждают. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью по 200 см³, доливают водой до метки и снова переносят в кварцевые или тефлоновые колбы. Растворы фильтруют через фильтр средней плотности, собирая фильтраты в колбы из пластмассы. Первые порции фильтрата отбрасывают.

Аликвотную часть отфильтрованных растворов объемом по 25 см³ переносят в мерные колбы вместимостью по 100 см³, доливают водой до меток и перемешивают. Далее анализ проводят как указано в п. 2.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора алюминия.

2.3.3. *Построение градуировочного графика (при массовой доле алюминия свыше 0,10 до 0,80%)*

В шесть конических колб вместимостью по 250 см³ добавляют по 100 см³ воды и по 1,8 см³ раствора хлорного железа. Затем в пять колб последовательно добавляют 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см³ стандартного раствора А алюминия.

Далее поступают, как указано в п. 2.3.2.

2.4. Обработка результатов

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

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

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

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

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,02 до 0,04 включ.	0,01
Св. 0,04 » 0,10 »	0,02
» 0,10 » 0,20 »	0,03
» 0,20 » 0,40 »	0,04
» 0,40 » 0,80 »	0,06

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ АЛЮМИНОНА

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного соединения алюминия с алюминоном в уксуснокислом буферном растворе при pH 4,5—4,6. Мешающие компоненты отделяют раствором гидроокиси натрия после отгонки основной массы хрома в виде хлористого хромила.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1, 1 : 4, 1 : 100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота хлорная плотностью 1,53 или 1,67 г/см^3.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота аскорбиновая, 2%-ный свежеприготовленный раствор.

Натрий пиросернокислый по ГОСТ 4166—76 или калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—75, 40%-ный раствор.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78.

Ацетатный буферный раствор (pH 4,5—4,6): 115 г уксуснокислого натрия растворяют в 600 см^3 воды, раствор фильтруют, прибавляют 75 см^3 соляной кислоты (1 : 1), разбавляют водой до 1 дм^3 и перемешивают.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 0,1%-ный спиртовой раствор.

Алюминон по ГОСТ 9859—74 (аммонийная соль ауринтрикарбоновой кислоты) 0,1%-ный раствор. Раствор готовят за сутки до применения и используют не более 10 сут).

Железо карбонильное.

Железо хлорное, 4%-ный раствор: 10 г карбонильного железа растворяют в 80 см^3 соляной кислоты (1 : 1), прибавляют азотную кислоту до полного окисления железа и кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74.

Стандартный раствор алюминия: 0,1 г алюминия растворяют при нагревании в 20 см^3 соляной кислоты. По окончании растворения навески прибавляют несколько капель азотной кислоты, раствор кипятят до прекращения выделения окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе равна 0,0002 г/см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску феррохрома массой, определенной по табл. 4 в зависимости от массовой доли алюминия, помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют при нагревании в 15—40 см³ свежеприготовленного раствора серной кислоты (1 : 4).

Таблица 4

Массовая доля алюминия, %	Масса навески феррохрома, г
От 0,02 до 0,1 включ.	1,0
Св. 0,1 » 0,3 »	0,5
» 0,3 » 0,5 »	0,3
» 0,5 » 0,8 »	0,2

Затем прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора. Раствор охлаждают и прибавляют 50 см³ хлорной кислоты.

Стакан с содержимым накрывают часовым стеклом и нагревают до появления обильных паров хлорной кислоты и образования солей шестивалентного хрома красновато-оранжевого цвета. Для удаления основной массы хрома прибавляют по каплям соляную кислоту и отгоняют хром в виде красно-бурых паров хлористого хромила.

Выпаривание до паров хлорной кислоты и отгонку хрома соляной кислотой повторяют несколько раз до прекращения выделения паров хлористого хромила. Затем приливают 1—2 см³ соляной кислоты и нагревают 1—2 мин. После охлаждения раствора прибавляют 100 см³ воды, нагревают до полного растворения солей, фильтруют через плотный фильтр, содержащий фильтробумажную массу и промывают остаток на фильтре 6—8 раз горячей соляной кислотой (1 : 100) и 2—3 раза горячей водой. Фильтрат сохраняют (основной раствор).

Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, сушат, озоляют и прокаливают при температуре 600—700°С до полного выгорания углерода фильтра. Охладив тигель, прибавляют 3—4 капли серной кислоты (1 : 1), 5—6 см³ раствора фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Прибавляют 1 г пиросернокислого калия или натрия и сплавляют при температуре 650—700°С.

Плав выщелачивают в кислотном фильтрате (основной раствор) при слабом нагревании. Затем тигель вынимают из стакана, тщательно обмывают водой, собирая промывные воды в тот же

стакан. Выпавший осадок хлорнокислого калия не мешает анализу.

Раствор объемом 150—170 см³ нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до начала выделения гидроокиси железа, а затем тонкой струей при перемешивании переносят в кварцевую или тефлоновую коническую колбу вместимостью 250 см³, содержащую 40 см³ горячего раствора гидроокиси натрия и кипятят 1 мин.

После охлаждения раствор из конической колбы вместе с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют до метки водой, перемешивают и снова переносят в кварцевую или тефлоновую колбу. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, собирая фильтрат в колбу из пластмассы.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть отфильтрованного раствора объемом 10 см³. К аликвотной части раствора, содержащей от 8 до 80 мкг алюминия, прибавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина, нейтрализуют несколькими каплями раствора соляной кислоты (1 : 1) до изменения окраски индикатора, приливают 1 см³ соляной кислоты (1 : 100), 1—2 см³ раствора аскорбиновой кислоты и оставляют на 3—5 мин (pH раствора должен быть 4,7). Затем при перемешивании добавляют 20 см³ буферного раствора, 2 см³ раствора алюминона, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют через 1 ч на спектрофотометре при длине волны 530 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания 510—560 нм.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

3.3.2. Раствор контрольного опыта готовят, как указано в п. 3.3.1, с добавлением раствора хлорного железа в количестве, соответствующем массе железа в навеске.

Массовую долю алюминия находят по градуировочному графику.

3.3.3. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи конических колб вместимостью по 250 см³ помещают: 1,0; 2,5; 3,5; 5,0; 7,5 и 10,0 см³ стандартного раствора алюминия.

Во все колбы наливают по 100 см³ воды, раствор хлорного железа в количестве, соответствующем массе железа в навеске феррохрома, растворы нагревают до кипения и тонкой струей при перемешивании переносят в конические кварцевые или тефлоновые колбы вместимостью по 250 см³, содержащие по 40 см³ горячего раствора гидроокиси натрия, и кипятят 1 мин.

После охлаждения растворы вместе с осадком переносят в мерные колбы вместимостью по 250 см³, разбавляют до метки водой и снова переносят в кварцевые или тефлоновые колбы. Растворы фильтруют через фильтр средней плотности. Далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

Раствором сравнения служит раствор седьмой колбы, не содержащий стандартного раствора алюминия.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

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

m_2 — масса алюминия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

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

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении феррохрома в соляной и хлорной кислотах с последующим удалением хрома (VI) соляной кислотой в виде хлористого хромила.

Нерастворимый остаток сплавляют, выщелачивают, растворы объединяют, а затем измеряют атомную абсорбцию алюминия при длине волны 309,3 нм в пламени закись азота — ацетилен.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота хлорная плотностью 1,53 или 1,67 г/см^3.

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

Смесь для сплавления: калий-натрий углекислый безводный и натрий тетраборнокислый безводный в соотношении 2 : 1.

Железо металлическое с массовой долей алюминия не более 0,005%.

Раствор фона: 2,5 г металлического железа растворяют в 100 см^3 соляной кислоты в конической колбе вместимостью 500 см^3 при слабом нагревании, прикрыв колбу часовым стеклом для предотвращения выпаривания соляной кислоты. После растворения навески раствор окисляют азотной кислотой, приливая ее по каплям до прекращения вспенивания раствора, нагревают до удале-

ния окислов азота, а затем приливают 200 см³ теплой воды. Прибавляют 14,5 г смеси для сплавления и после растворения солей полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Ртуть металлическая или никель хлористый ($NiCl_2 \cdot 6H_2O$), 0,2%-ный раствор.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74.

Стандартный раствор алюминия: 0,2000 г алюминия растворяют в 30 см³ соляной кислоты (1 : 1) в присутствии одной капли ртути или 2 см³ раствора хлористого никеля переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе равна 0,0002 г/см³.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску феррохрома массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют при нагревании в 30 см³ соляной кислоты. Затем прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора.

Раствор охлаждают, прибавляют 30 см³ хлорной кислоты, стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до появления обильных паров хлорной кислоты и образования солей шестивалентного хрома красновато-оранжевого цвета. Стекло снимают.

Для удаления основной массы хрома прибавляют по каплям соляную кислоту и отгоняют хром в виде красно-бурых паров хлористого хромила. Выпаривание до паров хлорной кислоты и отгонку хрома соляной кислотой повторяют несколько раз до прекращения выделения паров хлористого хромила. Раствор выпаривают до влажных солей, содержимое стакана охлаждают, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), 40 см³ воды и растворяют соли при нагревании.

Осадок фильтруют на плотный фильтр в присутствии небольшого количества фильтробумажной массы, промывают 6—8 раз горячей соляной кислотой (1 : 100) и 2—3 раза горячей водой. Фильтрат сохраняют.

Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при температуре 600—700°С до полного выгорания углерода фильтра. Охладив тигель, остаток смачивают 1—2 каплями воды, прибавляют 3—4 капли разбавленной серной кислоты, 5—6 см³ раствора фтористоводородной кислоты выпаривают досуха, затем прибавляют 1 г смеси для сплавления и сплавляют при температуре 800—900°С. Плав выщелачивают в кислотном фильтрате при слабом нагревании. Затем тигель вынимают из стакана, тщательно обмывают водой, собирая промывные воды в тот же стакан и выпаривают раствор до объема 30—35 см³.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

В зависимости от ожидаемой массовой доли алюминия в мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть анализируемого раствора и раствор фона согласно табл. 5, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 5

Массовая доля алюминия, %	Объем аликвотной части анализируемого раствора, см³	Объем раствора фона, см³
До 0,40 включ.	Весь раствор	—
Св. 0,40 до 0,80 »	25	17,5

Атомную абсорбцию алюминия измеряют параллельно в растворе пробы, контрольного опыта и в растворах для построения градуировочного графика при длине волны 309,3 нм в пламени закись азота — ацетилен.

4.3.2. Раствор контрольного опыта готовят согласно п. 4.3.1 с добавлением 0,17 г металлического железа.

Концентрацию алюминия находят по градуировочному графику.

4.3.3. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 50 см³ добавляют 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 см³ стандартного раствора алюминия. В седьмую колбу стандартный раствор алюминия не наливают.

Во все колбы добавляют по 35 см³ раствора фона, доливают до метки водой и перемешивают.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим концентрациям алюминия строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(C - C_1) \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация алюминия в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_1 — концентрация алюминия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем аликвотной части раствора пробы, см³;

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

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Изменение № 1 ГОСТ 21600.18—83 Феррохром. Метод определения общего алюминия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.09.88 № 3198

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта заменить код: ОКП 08 4000 на ОКСТУ 0809.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 13020.0—75 на ГОСТ 27349—87.

Пункт 1.2. Заменить ссылку: ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86; исключить ссылку: ГОСТ 23176—78.

Раздел 2. Заменить слова и ссылку: «1 %-ный свежеприготовленный раствор» на «свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³»; «27 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 270 г/дм³»; «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³» (2 раза); «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³» (4 раза); «0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³» (2 раза); «4 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 40 г/дм³»; ГОСТ 4328—75 на ГОСТ 4328—77.

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности массовой доли алюминия приведены в табл. 3 *(см. с. 62)*.

Пункт 3.2. Заменить слова: «2 %-ный свежеприготовленный раствор» на «свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³»; «40 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 400 г/дм³»; «0,1 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³»; «0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³»; «4 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 40 г/дм³»;

Таблица 3

Массовая доля общего алюминия, %	Δ, %	Допускаемые расхождения, %			δ, %
		$d_к$	d_2	d_3	
От 0,02 до 0,05 включ.	0,007	0,008	0,007	0,008	0,004
Св. 0,05 » 0,10 »	0,009	0,011	0,009	0,011	0,006
Св. 0,10 » 0,2 »	0,02	0,03	0,02	0,03	0,01
» 0,2 » 0,5 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,02
» 0,5 » 0,8 »	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03

исключить ссылку: ГОСТ 9859—74.

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности массовой доли алюминия приведены в табл. 3».

Пункт 4.2. Заменить слова: «0,2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³».

Пункт 4.4.2 изложить в новой редакции: «4.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности массовой доли алюминия приведены в табл. 3».

(ИУС № 1 1989 г.)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 13020.0—75 Ферросплавы. Общие требования к методам химического анализа 3

ГОСТ 21600.3—83 Феррохром. Метод определения кремния 5
(СТ СЭВ 3609—82)

ГОСТ 21600.4—83 Феррохром. Метод определения фосфора 8
(СТ СЭВ 3611—82)

ГОСТ 21600.6—83 Феррохром. Метод определения азота 15
(СТ СЭВ 3612—82)

ГОСТ 21600.17—83 Феррохром. Методы определения хрома 22
(СТ СЭВ 3610—82)

ГОСТ 21600.18—83 Феррохром. Методы определения общего алюминия . 28
(СТ СЭВ 3613—82)

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *А. В. Прокофьева*

gost.e-ecolog.ru

05.83 Подп. к печ. 05.09.83 2,5 п. л. 2,36 уч.-изд. л. Тир. 10000 Цена 10 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 574