Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АЛЮМИНИЙ

Метод определения кальция

ГОСТ 12697.14—90

Aluminium.
Method for the determination of calcium

МКС 77.120.10
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.91

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения кальция в алюминии при массовой доле кальция от 0,005 до 0,2 %.

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции кальция при длине волны 422,7 нм в пламени ацетилен—закись азота.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 12697.1.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный модели Перкин-Элмер, Сатурн или аналогичного типа с источником излучения для кальция и горелкой для пламени ацетилен—закись азота.

Вода, дважды дистиллированная.

Ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457.

Закись азота.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Никель (II) хлорид по ГОСТ 4038, раствор с массовой долей 0,2 %.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3 %.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Алюминий марки А999 по ГОСТ 11069, стружка. Непосредственно перед употреблением стружку очищают в небольшом количестве раствора соляной кислоты, промывают водой, ацетоном, высушивают в сушильном шкафу при температуре 100 °С в течение 2—3 мин и охлаждают в эксикаторе.

Раствор алюминия 10 г/дм^3: 5,0 г алюминия растворяют в 200 см^3 раствора соляной кислоты в стакане вместимостью 400 см^3 при нагревании. Для ускорения растворения можно добавить 1 см^3 раствора хлорида никеля или каплю ртути. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, раствор с массовой долей 1 %.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Стандартные растворы кальция.

Раствор А: 2,4973 г углекислого кальция, предварительно высушенного при температуре 100 °С до постоянной массы и охлажденного в эксикаторе, растворяют в 20 см^3 раствора соляной кислоты при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

1 см^3 раствора А содержит 1,0 мг кальция.

Раствор Б: 10,0 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

gost.e-ecolog.ru

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг кальция.

Раствор В: 10,0 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см³ раствора В содержит 0,01 мг кальция.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску алюминия массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ раствора соляной кислоты. После прекращения бурной реакции раствор нагревают и добавляют несколько капель пероксида водорода.

После растворения пробы раствор кипятят до удаления избытка пероксида водорода, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора хлористого калия, доливают водой до метки и перемешивают.

При массовой доле кальция менее 0,1 % для измерения атомной абсорбции используют весь раствор пробы.

При массовой доле кальция более 0,1 % аликвотную часть пробы объемом 50,0 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора хлористого калия, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор контрольного опыта готовят, используя вместо навески пробы навеску алюминия марки А999.

Измеряют атомную абсорбцию кальция в растворе пробы, растворе контрольного опыта и в растворах для построения градуировочного графика при длине волны 422,7 нм в пламени ацетилен — закись азота.

Из значения атомной абсорбции раствора пробы вычитают значение атомной абсорбции раствора контрольного опыта. Массу кальция находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В семь из восьми мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 2,0; 5,0 и 10,0 см³ стандартного раствора В и 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,02; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 мг кальция.

При массовой доле кальция менее 0,1 % во все колбы добавляют по 50 см³ раствора алюминия и 10 см³ раствора хлористого калия, при массовой доле кальция более 0,1 % —по 25 см³ раствора алюминия и 5 см³ раствора хлористого калия, затем раствор доливают до метки водой и перемешивают.

Атомную абсорбцию кальция в растворах измеряют согласно п. 3.1.

Из значений атомной абсорбции растворов вычитают значение атомной абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор кальция, и по полученным значениям и соответствующим им массам кальция строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю кальция *(X)* в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot V \cdot 100}{m_1 \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где m — масса кальция в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем раствора пробы, см³;

m_1 — масса навески пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля кальция, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,005 до 0,010 включ.	0,001	0,002
Св. 0,010 » 0,030 »	0,003	0,004
» 0,030 » 0,050 »	0,004	0,006
» 0,050 » 0,100 »	0,008	0,012
» 0,100 » 0,150 »	0,012	0,018

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Н. А. Пономарева, И. М. Козловская, Т. И. Жилина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 10.12.90 № 3086

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6738—89

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 2603—79	2	ГОСТ 5457—75	2
ГОСТ 4038—79	2	ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 4234—77	2	ГОСТ 11069—2001	2
ГОСТ 4530—76	2	ГОСТ 12697.1—77	1
ГОСТ 4658—73	2	ГОСТ 14261—77	2

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ

gost.e-ecolog.ru