

## ФЕРРОХРОМ

## Методы определения общего алюминия

Ferrochrome. Methods for the determination of total aluminium

ГОСТ  
21600.18—83

(СТ СЭВ 3613—82)

Взамен  
ГОСТ 13400.8—74

ОКП 08 4000

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-абсорбционные 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
<p>Низкоуглеродистый, среднеуглеродистый и азотированный с массовой долей азота менее 4%</p> <p>Углеродистый и азотированный с массовой долей азота 4% и более</p>	<p>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</p> <p>Тонкий порошок с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 008 по ГОСТ 6613—73</p>



## 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 хромазуолом S в уксуснокислом буферном растворе при pH 5—6. Мешающие компоненты отделяют раствором гидроокиси натрия после отгонки основной массы хрома в виде хлористого хрома.

### 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<sup>3</sup>.

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 пиросульфидный по ГОСТ 4166—76 или калий пиросульфидный по ГОСТ 7172—76.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—75, 5 и 25%-ные растворы. Растворы готовят и хранят в полиэтиленовой 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Хромазуол S, 0,1%-ный раствор: 0,1 г реактива растворяют при слабом нагревании в 50 см<sup>3</sup> воды. Для лучшего растворения добавляют 10—15 см<sup>3</sup> этилового спирта. Охлажденный раствор переносит в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> пропилового спирта и 70 см<sup>3</sup> воды, фильтруют через ватный тампон в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе А равна 0,0002 г/см<sup>3</sup>.

Раствор Б: 20 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе Б равна 0,00004 г/см<sup>3</sup>.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску феррохрома массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Затем прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора. Раствор охлаждают и прибавляют 30 см<sup>3</sup> хлорной кислоты. Стакан с содержимым нагревают до появления обильных паров хлорной кислоты и образования солей шестивалентного хрома красно-оранжевого цвета. Для удаления основной массы хрома прибавляют по каплям соляную кислоту и отгоняют хром в виде красно-бурых паров хлористого хромилла.

Выпаривание до паров хлорной кислоты и отгонку хрома соляной кислотой повторяют несколько раз до прекращения выделения паров хлористого хромилла. Затем приливают 1—2 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают 1—2 мин. После охлаждения прибавляют 100 см<sup>3</sup> 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°C до полного выгорания углерода фильтра. Охладив тигель, прибавляют 3—4 капли разбавленной серной кислоты, 5—6 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха, затем прокаливают при температуре 600—700°C, прибавляют 1 г пирросернокислого калия или натрия и сплавляют при температуре 650—700°C.

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 см<sup>3</sup>, нейтрализуют 25%-ным раствором гидроокиси натрия до начала выделения гидроокиси железа, а затем тонкой струей, при перемешивании, переносят в кварцевую или тefлоновую коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, содержащую 40 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой и вновь переносят в кварцевую или тefлоновую колбу. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, собирая фильтрат в колбу из пластмассы. Первые порции фильтрата отбрасывают.

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают 25 см<sup>3</sup> отфильтрованного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1 : 100), воду до объема примерно 50 см<sup>3</sup> (рН раствора должно быть 2), 5 см<sup>3</sup> раствора поливинилового спирта, 2 см<sup>3</sup> раствора хромалурола S, 5 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого натрия (рН 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 фотозлектроколориметре в области светопропускания 510—560 нм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта, приготовленный согласно п. 2.3.1 с добавлением 1,8 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> наливают по 100 см<sup>3</sup> воды и по 1,8 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа. Затем в

пять колб последовательно добавляют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора В алюминия.

Растворы нагревают и при перемешивании вливают тонкой струей в конические кварцевые или тефлоновые колбы вместимостью по 250 см<sup>3</sup>, в которых находится по 40 см<sup>3</sup> 25%-ного раствора гидроокиси натрия, нагревают до кипения и охлаждают. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью по 200 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> переносят в мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> добавляют по 100 см<sup>3</sup> воды и по 1,8 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа. Затем в пять колб последовательно добавляют 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см<sup>3</sup> 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 рН 4,5—4,6. Мешающие компоненты отделяют раствором гидроксида натрия после отгонки основной массы хрома в виде хлористого хромилла.

#### 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<sup>3</sup>.

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 пироксерникоксидный по ГОСТ 4166—76 или калий пироксерникоксидный по ГОСТ 7172—76.

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

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78.

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

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

Алюминон по ГОСТ 9859—74 (аммонийная соль ауриINTRИКАР-боновой 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе равна 0,0002 г/см<sup>3</sup>.

### 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 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 15—40 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 хрома.

Выпаривание до паров хлорной кислоты и отгонку хрома соляной кислотой повторяют несколько раз до прекращения выделения паров хлористого хрома. Затем приливают 1—2 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают 1—2 мин. После охлаждения раствора прибавляют 100 см<sup>3</sup> 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°C до полного выгорания углерода фильтра. Охладив тигель, прибавляют 3—4 капли серной кислоты (1 : 1), 5—6 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Прибавляют 1 г пироксернистого калия или натрия и сплавляют при температуре 650—700°C.

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 см<sup>3</sup> нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до начала выделения гидроокиси железа, а затем тонкой струей при перемешивании переносят в кварцевую или тефлоновую коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, содержащую 40 см<sup>3</sup> горячего раствора гидроокиси натрия и кипятят 1 мин.

После охлаждения раствор из конической колбы вместе с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть отфильтрованного раствора объемом 10 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 100), 1—2 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и оставляют на 3—5 мин (рН раствора должен быть 4,7). Затем при перемешивании добавляют 20 см<sup>3</sup> буферного раствора, 2 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> помещают: 1,0; 2,5; 3,5; 5,0; 7,5 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора алюминия.

Во все колбы наливают по 100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, содержащие по 40 см<sup>3</sup> горячего раствора гидроокиси натрия, и кипятят 1 мин.

После охлаждения растворы вместе с осадком переносят в мерные колбы вместимостью по 250 см<sup>3</sup>, 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 хрома.

Нерастворимый остаток сплавляют, выщелачивают, растворы объединяют, а затем измеряют атомную абсорбцию алюминия при длине волны 309,3 нм в пламени закиси 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<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> соляной кислоты в конической колбе вместимостью 500 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> теплой воды. Прибавляют 14,5 г смеси для сплавления и после растворения солей полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Ртуть металлическая или никель хлористый (NiCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O), 0,2%-ный раствор.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74.

Стандартный раствор алюминия: 0,2000 г алюминия растворяют в 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 1) в присутствии одной капли ртути или 2 см<sup>3</sup> раствора хлористого никеля переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе равна 0,0002 г/см<sup>3</sup>.

### 4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску феррохрома массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Затем прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора.

Раствор охлаждают, прибавляют 30 см<sup>3</sup> 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 хромилла. Выпаривание до паров хлорной кислоты и отгонку хрома соляной кислотой повторяют несколько раз до прекращения выделения паров хлористого хромилла. Раствор выпаривают до влажных солей, содержимое стакана охлаждают, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1 : 1), 40 см<sup>3</sup> 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°C до полного выгорания углерода фильтра. Охладив тигель, остаток смачивают 1—2 каплями воды, прибавляют 3—4 капли разбавленной серной кислоты, 5—6 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты выпаривают досуха, затем прибавляют 1 г смеси для сплавления и сплавляют при температуре 800—900°C. 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 см<sup>3</sup>.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

В зависимости от ожидаемой массовой доли алюминия в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> 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, см <sup>3</sup>	Объем раствора фона, см <sup>3</sup>
До 0,40 Св. 0,40 до 0,80	Весь раствор 25	— 17,5
включ. »		

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 см<sup>3</sup> добавляют 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора алюминия. В седьмую колбу стандартный раствор алюминия не наливают.

Во все колбы добавляют по 35 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>;

$C_1$  — концентрация алюминия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем аликвотной части раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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/дм<sup>3</sup>»; «27 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 270 г/дм<sup>3</sup>»; «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>» (2 раза); «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 250 г/дм<sup>3</sup>» (4 раза); «0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>» (2 раза); «4 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 40 г/дм<sup>3</sup>»; 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/дм<sup>3</sup>»; «40 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 400 г/дм<sup>3</sup>»; «0,1 %-ный спир-

**Таблица 3**

Массовая доля общего алюминия, %	$\Delta$ , %	Допускаемые расхождения, %			$\delta$ , %
		$d_k$	$d_2$	$d_3$	
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	0,005
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

товой раствор» на «спиртовой раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>»; «0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>»; «4 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 40 г/дм<sup>3</sup>»;

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/дм<sup>3</sup>».

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.)

## СО Д Е Р Ж А Н И Е

ГОСТ 13020.0—75	Ферросплавы. Общие требования к методам химического анализа . . . . .	3
ГОСТ 21600.3—83 (СТ СЭВ 3609—82)	Феррохром. Метод определения кремния . . . . .	5
ГОСТ 21600.4—83 (СТ СЭВ 3611—82)	Феррохром. Метод определения фосфора . . . . .	8
ГОСТ 21600.6—83 (СТ СЭВ 3612—82)	Феррохром. Метод определения азота . . . . .	15
ГОСТ 21600.17—83 (СТ СЭВ 3610—82)	Феррохром. Методы определения хрома . . . . .	22
ГОСТ 21600.18—83 (СТ СЭВ 3613—82)	Феррохром. Методы определения общего алюминия . . . . .	28

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

---

Сдано в наб. 23.05.83 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