

## 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
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

385-95  
34

## 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 гидроксида 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 пироксернистый по ГОСТ 4166—76 или калий пироксернистый по ГОСТ 7172—76.

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

Натрия гидроксид 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 переносят 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.

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

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 нормы 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	0,006
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

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 нормы 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 нормы 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 (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, 123567, Москва, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 574

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 красновато-оранжевого цвета. Для удаления основной массы хрома прибавляют по каплям соляную кислоту и отгоняют хром в виде красно-бурых паров хлористого хромла.

Выпаривание до паров хлорной кислоты и отгонку хрома соляной кислотой повторяют несколько раз до прекращения выделения паров хлористого хромла. 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 пироксернистого 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 тефлоновую 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 тефлоновую 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 <sup>3</sup>
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 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 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 Б 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 pH 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 пироксернокислый по ГОСТ 4166—76 или калий пироксернокислый 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<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 ауринтрикарбонной 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 пироксернокислого 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 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<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 ( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), 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 хрома. Выпаривание до паров хлорной кислоты и отгонку хрома соляной кислотой повторяют несколько раз до прекращения выделения паров хлористого хрома. 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>.