



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

**СТАЛЬ ВУГЛЕЦЕВА
І ЧАВУН НЕЛЕГОВАНІЙ**

Методи визначення цирконію

ДСТУ 7761:2015

Київ
ДП «УкрНДНЦ»
2016

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет України «Стандартизація методів визначення хімічного складу матеріалів металургійного виробництва» (ТК 3), Український державний науково-технічний центр з технології та обладнання, обробки металів, захисту навколишнього середовища та використання вторинних ресурсів для металургії та машинобудування «Енергосталь»

РОЗРОБНИКИ: **Г. Душенко**; **Д. Сталінський**, д-р техн. наук; **В. Мантула**; **С. Спіріна**, канд. хім. наук (науковий керівник); **Н. Гриценко**, канд. хім. наук (науковий керівник); **О. Сніжко**

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ ДП «УкрНДНЦ» України від 22 червня 2015 р. № 61 з 2016–01–01

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 22536.14–88)

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання	1
3 Загальні вимоги.....	2
4 Фотометричний метод визначення масової частки цирконію з арсеназо III від 0,005 % до 0,10 %	2
5 Екстракційно-фотометричний метод визначення масової частки цирконію від 0,002 % до 0,05 %.....	6
6 Норми точності.....	7
7 Вимоги до кваліфікації оператора	8
8 Вимоги щодо безпеки	8

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СТАЛЬ ВУГЛЕЦЕВА І ЧАВУН НЕЛЕГОВАНИЙ

Методи визначення цирконію

СТАЛЬ УГЛЕРОДИСТАЯ И ЧУГУН НЕЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения циркония

CARBON STEEL AND UNALLOYED CAST IRON

Methods for determination of zirconium

Чинний від 2016-01-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює методи визначення масової частки цирконію: фотометричний (від 0,005 % до 0,10 %) та екстракційно-фотометричний (від 0,002 % до 0,05 %) у сталі вуглецевій та чавуні нелегованому.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 7237:2011 Система стандартів безпеки праці. Електробезпека. Загальні вимоги та номенклатура видів захисту

ДСТУ 7749:2015 Сталь вуглецева і чавун нелегований. Загальні вимоги до методів аналізу

ГОСТ 12.1.004–91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования (ССБП. Пожежна безпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.1.007–76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (ССБП. Шкідливі речовини. Класифікація та загальні вимоги щодо безпеки)

ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ. Взрывоопасность. Общие требования (ССБП. Вибухонебезпечність. Загальні вимоги)

ГОСТ 83–79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия (Натрій вуглекислий. Технічні умови)

ГОСТ 84–76 Реактивы. Натрий углекислый 10-водный. Технические условия (Реактиви. Натрій вуглекислий 10-водневий. Технічні умови)

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия (Реактиви. Кислота соляна. Технічні умови)

ГОСТ 3760–79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия (Реактиви. Аміак водний. Технічні умови)

ГОСТ 3772–74 Реактивы. Аммоний фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия (Реактиви. Амоній фосфорнокислий двозаміщений. Технічні умови)

ГОСТ 3773–72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия (Реактиви. Амоній хлористий. Технічні умови)

ГОСТ 4197–74 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия (Реактиви. Натрій азотистокислий. Технічні умови)

ГОСТ 4199–76 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия (Реактиви. Натрій тетраборнокислий 10-водний. Технічні умови)

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия (Реактиви. Кислота сірчана. Технічні умови)

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия (Реактиви. Натрію гідроксид. Технічні умови)

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия (Реактиви. Кислота азотна. Технічні умови)

ГОСТ 5208–81 Спирт бутиловый нормальный технический. Технические условия (Спирт бутиловий нормальний технічний. Технічні умови)

ГОСТ 6691–77 Реактивы. Карбамид. Технические условия (Реактиви. Сечовина. Технічні умови)

ГОСТ 7172–76 Реактивы. Калий пиросерноокислый (Реактиви. Калій піросірчаноокислий)

ГОСТ 10484–78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия (Реактиви. Кислота фтористоводнева. Технічні умови)

ГОСТ 10652–73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия (Реактиви. Сіль динатрієва етилендіамін-N, N, N', N'-тетраоцтової кислоти 2-водна (трилон Б). Технічні умови)

ГОСТ 11293–89 Желатин. Технические условия (Желатин. Технічні умови)

ГОСТ 13610–79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия (Залізо карбонільне радіотехнічне. Технічні умови).

3 ЗАГАЛЬНІ ВИМОГИ

3.1 Загальні вимоги до методів аналізування — згідно з ДСТУ 7749.

3.2 Норми точності та нормативи контролю точності визначення масової частки цирконію наведено в розділі 6.

4 ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ЦИРКОНІЮ З АРСЕНАЗО III ВІД 0,005 % ДО 0,10 %

4.1 Суть методу

Метод ґрунтується на утворенні в кислому середовищі забарвленої в синій колір комплексної сполуки цирконію (IV) з арсеназо III та вимірюванні оптичної густини забарвленого розчину за довжини хвилі 665 нм.

Визначення цирконію за масової частки (0,005—0,05) % виконують у середовищі азотної кислоти в присутності хлорної кислоти. Якщо масова частка цирконію становить (0,05—0,10) %, аналізування виконують у середовищі соляної кислоти. Вплив заліза, що заважає, у першому випадку усувають відновленням його розчином азотистоокислого натрію та сечовини, у другому — розчином аскорбінової кислоти.

4.2 Апаратура, реактиви та розчини

Спектрофотометр або фотоелектроколориметр.

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118, густиною 1,19 г/см³; розведена 1:1, 1:20 та розчини молярною концентрацією еквівалента 2 моль/дм³ та 6 моль/дм³.

Кислота соляна, розчин молярною концентрацією еквівалента 6 моль/дм³: 495 см³ соляної кислоти вміщують у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

Кислота соляна, розчин молярною концентрацією еквівалента 2 моль/дм³: 165 см³ соляної кислоти вміщують у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

Кислота азотна — згідно з ГОСТ 4461.

Кислота сірчана — згідно з ГОСТ 4204, розведена 1:1.

Кислота хлорна, кваліфікації «х.ч.».

Кислота фтористоводнева — згідно з ГОСТ 10484, густиною 1,50 г/см³.

Калій піросірчаноокислий — згідно з ГОСТ 7172.

Натрій вуглекислий — згідно з ГОСТ 83.

Натрій тетраборноокислий 10-водний — згідно з ГОСТ 4199.

Натрій азотистоокислий — згідно з ГОСТ 4197, розчин масовою концентрацією 10 г/дм³.

Сечовина — згідно з ГОСТ 6691, розчин масовою концентрацією 100 г/дм³.

Кислота аскорбінова фармакопейна, розчин масовою концентрацією 50 г/дм³. Готують так: 5 г аскорбінової кислоти розчиняють у 100 см³ розчину соляної кислоти молярною концентрацією еквівалента 2 моль/дм³.

Цирконій (IV) хлорокисид 8-водний.

Залізо карбонільне радіотехнічне — згідно з ГОСТ 13610.

Сіль динатрієва етилендіамін-N, N, N', N'-тетраоцтової кислоти 2-водна (трилон Б) — згідно з ГОСТ 10652, розчин молярною концентрацією еквівалента 0,1 моль/дм³.

Натрію гідроксид — згідно з ГОСТ 4328, розчин масовою концентрацією 10 г/дм³.

Амоній хлористий — згідно з ГОСТ 3773, розчин масовою концентрацією 20 г/дм³.

Аміак водний — згідно з ГОСТ 3760.

Арсеназо III, розчин масовою концентрацією 1 г/дм³:

у разі масової частки цирконію (0,05—0,10) % розчин готують так: наважку арсеназо III масою 0,1 г вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³ та розчиняють у (40—50) см³ теплої води, потім доливають 15 см³ розчину соляної кислоти молярною концентрацією еквівалента 2 моль/дм³. Розчин охолоджують, доводять водою до позначки та залишають відстоюватися протягом 48 год, періодично перемішуючи. Після цього розчин фільтрують через шар ущільненої вати, відкидаючи перші порції фільтрату. Розчин придатний до використання (5—7) діб;

у разі масової частки цирконію (0,005—0,05) % розчин готують у другий спосіб: наважку арсеназо III масою 0,1 г вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³, розчиняють у 50 см³ теплої води, доливають розчин гідроксиду натрію до появи синього забарвлення розчину та 5 крапель у надлишок і ретельно перемішують розчин до повного розчинення арсеназо III. Потім до розчину додають краплями соляну кислоту, розведену 1:1, до переходу забарвлення розчину із синього до червоно-фіолетового, доливають водою до позначки та перемішують. Розчин придатний до використання протягом (10—12) діб.

Стандартний розчин цирконію.

Розчин А. 3,533 г хлорокисиду цирконію вміщують у стакан місткістю 300 см³ та розчиняють у (150—200) см³ розчину соляної кислоти молярною концентрацією еквівалента 6 моль/дм³, розчин переливають у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають розчином соляної кислоти тої самої концентрації до позначки та перемішують.

1 см³ розчину А містить 0,001 г цирконію.

Розчин Б. 10 см³ стандартного розчину цирконію А вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають розчином соляної кислоти молярною концентрацією еквівалента 2 моль/дм³ до позначки та перемішують. Розчин готують перед використанням.

1 см³ розчину Б містить 0,0001 г цирконію.

Розчин В. 10 см³ стандартного розчину цирконію Б вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають розчином соляної кислоти молярною концентрацією еквівалента 2 моль/дм³ до позначки та перемішують. Розчин готують перед використанням.

1 см³ розчину В містить 0,00001 г цирконію.

Масову концентрацію стандартного розчину цирконію А встановлюють так: 50 см³ розчину вміщують у стакан місткістю (250—300) см³, доливають 100 см³ води, 3 г хлористого амонію й аміак до випадіння осаду гідроксиду цирконію та в надлишок (3—5) см³. Одержаний розчин нагрівають до кипіння, дають відстоятися протягом (20—25) хв, потім осад відфільтровують на фільтр «біла стрічка» та промивають (7—8) разів гарячим розчином хлористого амонію масовою концентрацією 20 г/дм³. Фільтр з осадом вміщують у попередньо прожарений до сталої маси та зважений платиновий тигель, висушують, озолують, прожарюють за температури (1000—1050) °С протягом 2 год до сталої маси, охолоджують і зважують. Одночасно проводять контрольний дослід на забруднення реактивів.

Масову концентрацію X, виражену в грамах цирконію на 1 см³ розчину, обчислюють за формулою:

$$X = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0,7403}{V}, \quad (1)$$

де m_1 — маса тигля з осадом діоксиду цирконію в аналізованій пробі, г;
 m_2 — маса тигля без осаду діоксиду цирконію в аналізованій пробі, г;
 m_3 — маса тигля з осадом в контрольному досліді, г;
 m_4 — маса тигля без осаду в контрольному досліді, г;
 0,7403 — коефіцієнт перерахування діоксиду цирконію на цирконій;
 V — об'єм розчину хлорокисиду цирконію, взятого для аналізування, см³.

4.3 Аналізування за масової частки цирконію від 0,05 % до 0,10 %

4.3.1 Наважку проби масою 1,0 г вміщують у стакан місткістю 300 см³ та розчиняють у (30—50) см³ соляної кислоти (густиною 1,19 г/см³), повільно нагріваючи. Після повного розчинення наважки додають азотну кислоту до припинення спінювання розчину та в надлишок (2—3) см³, розчин кип'ятять та випарюють насухо. Потім додають 10 см³ соляної кислоти й знову випарюють насухо. Операцію випарювання з 10 см³ соляної кислоти повторюють ще раз.

Сухий залишок розчиняють, нагріваючи, у 20 см³ соляної кислоти (густиною 1,19 г/см³). Потім доливають (20—30) см³ гарячої води та відфільтровують осад кремнієвої кислоти на подвійний фільтр середньої щільності, що містить невелику кількість фільтропаперової маси, у мірну колбу місткістю 200 см³. Фільтр і стакан ополіскують (4—5) разів гарячою водою. Фільтрат зберігають.

Фільтр з осадом вміщують у платиновий тигель, висушують, озолюють та прожарюють за температури (600—700) °С. Після охолодження осад у тиглі злегка змочують водою, додають (3—4) краплі сірчаної кислоти, розведеної 1:1, (2—3) см³ фтористоводневої кислоти й випарюють насухо. Залишок прожарюють за температури (600—700) °С і сплавляють з 1 г піросірчаноокислого калію. Плав вилугують у (10—20) см³ розчину соляної кислоти молярною концентрацією еквівалента 2 моль/дм³. Розчин охолоджують і приєднують до основного розчину в мірній колбі місткістю 200 см³. До одержаного розчину додають 20 см³ соляної кислоти (густиною 1,19 г/см³), доводять водою до позначки та перемішують. Розчин фільтрують на сухий фільтр середньої щільності в суху конічну колбу, відкидаючи перші порції фільтрату.

Аліквотну частину розчину 10 см³ вміщують у конічну колбу місткістю 100 см³, додають 10 см³ соляної кислоти молярною концентрацією еквівалента 2 моль/дм³, нагрівають до кипіння та кип'ятять протягом 1 хв. Розчин охолоджують, доливають 5 см³ розчину аскорбінової кислоти й витримують до повного відновлення заліза III. Потім розчин переливають у мірну колбу місткістю 100 см³, додають 5 см³ арсеназо III, доводять до позначки розчином соляної кислоти молярною концентрацією еквівалента 2 моль/дм³ та перемішують.

Оптичну густина розчину вимірюють через (20—25) хв на спектрофотометрі за довжини хвилі 665 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвилі (655—675) нм.

Як розчин порівняння використовують аліквотну частину розчину аналізованої проби, у яку перед додаванням розчину арсеназо III додають 5 см³ розчину трилону Б для зв'язування цирконію.

Одночасно через усе аналізування проводять контрольний дослід на вміст цирконію в реактивах. Від значення оптичної густини аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини розчину контрольного досліді.

Результати аналізування обчислюють за градуовальним графіком або методом порівняння зі стандартним зразком, близьким за складом до аналізованої проби й проведеним через усі стадії аналізування.

4.3.2 Побудова градуовального графіка

У шість стаканів місткістю 300 см³ вміщують по 1,0 г карбонільного заліза. У п'ять із них послідовно додають (4, 6, 8, 10 та 12) см³ стандартного розчину цирконію Б, що відповідає (0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,0010 та 0,0012) г цирконію. Шостий стакан слугує для проведення контрольного досліді.

До розчинів у стаканах доливають по (30—50) см³ соляної кислоти й далі аналізування виконують, як зазначено в 4.3.1.

За знайденими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси цирконію будують градуовальний графік у координатах оптична густина — маса цирконію, у грамах. Допустимо будувати градуовальний графік у координатах: оптична густина — масова частка цирконію, у відсотках.

4.4 Аналізування за масової частки цирконію від 0,005 % до 0,05 %

4.4.1 Наважку проби залежно від масової частки цирконію та відповідно до таблиці 1 вміщують у стакан місткістю 250 см³ і розчиняють, помірно нагріваючи, у (30—40) см³ соляної кислоти. Після розчинення наважки додають азотну кислоту до припинення спінювання розчину та в надлишок (2—3) см³.

Таблиця 1

	Масова частка цирконію, %				Маса наважки, г
Від	0,005	до	0,010	включ.	1,0
Понад	0,01	»	0,02	»	1,0
»	0,02	»	0,04	»	0,5
»	0,04	»	0,05	»	0,3

Далі аналізування виконують, як зазначено в 4.3.1, фільтруючи розчин у стакан місткістю 300 см³, до операції сплавляння осаду.

Фільтрат випарюють до об'єму (20—30) см³, додають (5—10) см³ азотної кислоти, кип'ятять до руйнування органічних речовин, додають 20 см³ хлорної кислоти й випарюють до виділення парів хлорної кислоти. Усі операції виконують, накривши стакан годинниковим склом. Солі розчиняють у (25—30) см³ води, нагріваючи.

Осад у платиновому тиглі сплавляють із (0,5—1,0) г суміші вуглекислого натрію та тетраборнокислого натрію у співвідношенні 3:1, за температури (800—1000) °С протягом (10—15) хв.

Тигель із плавом охолоджують і вміщують у стакан місткістю 250 см³, додають 50 см³ води та нагрівають до повного розчинення плаву. Тигель витягують зі стакана й обполіскують водою. Розчин із вилуженим плавом обережно додають до основного фільтрату, перемішуючи.

Об'єднаний розчин упарюють до (30—40) см³, доливають 25 см³ розчину азотистокислого натрію, нагрівають до кипіння та кип'ятять протягом 5 хв. Розчин у стакані охолоджують, наливають у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та переливають. Розчин фільтрують на сухий фільтр середньої щільності в суху конічну колбу, відкидаючи перші порції фільтрату.

Аліквотну частину розчину 10 см³ вміщують у мірну колбу місткістю 50 см³, додають 25 см³ азотної кислоти, 2,5 см³ розчину сечовини, 5 см³ розчину арсеназо III, після додавання кожного реактиву розчин перемішують та охолоджують. Потім розчин доливають водою до позначки та ретельно перемішують.

Оптичну густину розчину вимірюють через (20—25) хв на спектрофотометрі за довжини хвилі 665 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль (655—675) нм.

Одночасно з аналізуванням проводять контрольний дослід на забруднення реактивів. Як розчин порівняння використовують розчин контрольного дослідіду.

Результати аналізу обчислюють за градувальним графіком або методом порівняння зі стандартним зразком, близьким за складом до аналізованої проби та проведеним через усі стадії аналізування.

4.4.2 Побудова градувального графіка

У вісім стаканів місткістю 250 см³ вміщують наважки карбонільного заліза, що відповідають масі наважки аналізованої проби. У сім із них послідовно доливають (5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0; 20,0 та 25,0) см³ стандартного розчину цирконію В, що відповідає (0,000050; 0,000075; 0,000100; 0,000125; 0,000150; 0,000200 та 0,000250) г цирконію. Восьмий стакан використовують для контрольного дослідіду на вміст цирконію в реактивах.

У кожен стакан доливають (30—50) см³ соляної кислоти й далі аналізування виконують, як зазначено в 4.4.1.

За знайденими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси цирконію будують градувальний графік у координатах оптична густина — маса цирконію, у грамах. Допустимо будувати градувальний графік у координатах: оптична густина — масова частка цирконію, у відсотках.

4.5 Опрацювання результатів

4.5.1 Масову частку цирконію X_1 , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

де m_1 — маса цирконію в аналізованій пробі, визначена за градувальним графіком, г;
 m — маса наважки аналізованої проби, г.

5 ЕКСТРАКЦІЙНО-ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ЦИРКОНІУ ВІД 0,002 % ДО 0,05 %

5.1 Суть методу

Метод ґрунтується на утворенні забарвленої комплексної сполуки цирконію з арсеназо III в сильно-кислому середовищі й подальшому вимірюванні оптичної густини розчину за довжини хвилі 665 нм. Відокремлення цирконію від супутніх елементів виконують екстракцією н-бутиловим спиртом комплексної сполуки цирконію з пікرامіном-епсилон у присутності дифенілгуанідину.

5.2 Апаратура, реактиви та розчини

Апаратура та реактиви відповідно до 4.2 із доповненнями:

Спектрофотометр і фотоелектроколориметр

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118, розведена 1:19 та 5:95.

Кислота соляна, розчин молярною концентрацією еквівалента 6 моль/дм³: 495 см³ соляної кислоти вміщують у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки й перемішують.

Кислота соляна, розчин молярною концентрацією еквівалента 2 моль/дм³: 165 см³ соляної кислоти вміщують у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки й перемішують.

Кислота азотна — згідно з ГОСТ 4461.

Кислота сірчана — згідно з ГОСТ 4204, розведена 1:1.

Кислота фтористоводнева — згідно з ГОСТ 10484.

Кислота аскорбінова фармакопейна, розчин масовою концентрацією 20 г/дм³.

Калій піросірчаноокислий — згідно з ГОСТ 7172.

Натрій вуглекислий 10-водний — згідно з ГОСТ 84, розчин масовою концентрацією 50 г/дм³.

Аміак водний — згідно з ГОСТ 3760.

Амоній хлористий — згідно з ГОСТ 3773, розчин масовою концентрацією 20 г/дм³.

н-бутиловий спирт — згідно з ГОСТ 5208.

Пікрамін-епсилон, розчин масовою концентрацією 0,25 г/дм³.

Арсеназо III, розчин масовою концентрацією 0,4 г/дм³. Готують так: наважку арсеназо III масою 0,4 г вміщують у мірну колбу місткістю 1 дм³ і розчиняють у суміші 170 см³ гарячої води та 5 см³ розчину вуглекислого натрію, розчин охолоджують, відфільтровують, додають 200 см³ бутилового спирту й доводять соляною кислотою до позначки.

Дифенілгуанідін (ДФГ), розчин масовою концентрацією 100 г/дм³.

10 г дифенілгуанідину розчиняють у 100 см³ соляної кислоти. Розчин відстоюють протягом доби й фільтрують на фільтр «біла стрічка».

Стандартні розчини цирконію готують і встановлюють їхню масову концентрацію відповідно до 4.2.

5.3 Аналізування

Наважку проби залежно від масової частки цирконію та відповідно до таблиці 2 вміщують у стакан місткістю 300 см³, додають 30 см³ суміші соляної й азотної кислот у співвідношенні 3:1 та розчиняють, повільно нагріваючи. Після повного розчинення наважки вміст стакана випарюють насухо, потім охолоджують, додають 10 см³ соляної кислоти й знову випарюють насухо. Операцію випарювання з 10 см³ соляної кислоти повторюють ще раз.

Таблиця 2

	Масова частка цирконію, %			Маса наважки проби, г	Аліквотна частина аналізованого розчину, см ³	
Від	0,002	до	0,010	включ.	1,0	5,0
Понад	0,01	»	0,05	»	0,5	2,0

Сухий залишок розчиняють, нагріваючи, у 20 см³ соляної кислоти, додають (50—70) см³ гарячої води та відфільтровують осад кремнієвої кислоти на фільтр середньої щільності. Фільтр і стакан ополіскують (4—5) разів гарячою соляною кислотою, розведеною 5:95, та (4—5) разів гарячою водою. Фільтрат зберігають. Фільтр з осадом вміщують у платиновий тигель, висушують, озолюють та прожарюють за температури (600—700) °С. Після охолодження осад у тиглі злегка змочують водою, додають (3—4) краплі сірчаної кислоти, розведеної 1:1, (2—3) см³ фтористоводневої кислоти й випарюють насухо. Залишок прожарюють за температури (600—700) °С і сплавають з 1 г піросірчаноокислого калію. Плав вилуговують у гарячій воді й приєднують до основного фільтрату.

Одержаний розчин упарюють до 20 см³, охолоджують і переливають у мірну колбу місткістю 50 см³. До розчину в колбі доливають 20 см³ соляної кислоти, доводять до позначки водою та перемішують. Розчин відфільтровують на сухий фільтр середньої щільності в суху конічну колбу, відкидаючи перші порції фільтрату.

Аліквотну частину одержаного розчину відповідно до таблиці 2 вміщують у мірну колбу місткістю 25 см³. Якщо аліквотна частина розчину становить 2 см³, додають 3 см³ соляної кислоти молярною концентрацією еквівалента 6 моль/дм³. Потім додають 5 см³ розчину аскорбінової кислоти й через (15—20) хв доливають розчином пікрамін-епсилону до позначки. Вміст колби переносять у ділильну воронку, додають 1 см³ розчину ДФГ, 7 см³ н-бутилового спирту і струшують протягом 1 хв.

Після поділу шарів водну фазу зливають і відкидають. До органічної фази в ділильній воронці додають 5 см³ розчину соляної кислоти, розведеної 1:19, і струшують протягом (15—20) с. Після поділу шарів органічну фазу зливають у мірну колбу місткістю 25 см³ і доливають об'єм розчином арсеназо III до позначки та ретельно перемішують.

Оптичну густину розчину вимірюють не пізніше ніж через 2 год після початку екстрагування на спектрофотометрі за довжини хвилі 665 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль (655—675) нм.

Одночасно з аналізуванням проводять контрольний дослід на забруднення реактивів. Як розчин порівняння використовують розчин контрольного досліді.

Результати аналізування обчислюють за градувальним графіком або методом порівняння зі стандартним зразком, близьким за складом до аналізованої проби та проведеним через усі стадії аналізування.

5.4 Побудова градувального графіка

У дев'ять стаканів місткістю 250 см³ вміщують наважки карбонільного заліза залежно від маси наважки проби. У вісім із них послідовно доливають (1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 та 27,5) см³ стандартного розчину цирконію В, що відповідає (0,000010; 0,000025; 0,000050; 0,000100; 0,000150; 0,000200; 0,000250 та 0,000275) г цирконію. Дев'ятий стакан слугує для контрольного досліді.

У кожен стакан додають по 30 см³ суміші соляної й азотної кислот і далі аналізування виконують, як зазначено у 5.3.

За знайденими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси цирконію будують градувальний графік у координатах оптична густина — маса цирконію, у грамах. Допустимо будувати градувальний графік у координатах: оптична густина — масова частка цирконію, у відсотках.

5.5 Опрацювання результатів

5.5.1 Масову частку цирконію X_2 , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (3)$$

де m_1 — маса цирконію в аналізованій пробі, визначена за градувальним графіком, г;
 m — маса наважки аналізованої проби, г.

6 НОРМИ ТОЧНОСТІ

6.1 Норми точності й нормативи контролю точності визначення масової частки цирконію наведено в таблиці 3.

Таблиця 3

У відсотках

Масова частка цирконію	Границя допустимої похибки результатів аналізування, Δ	Допустима розбіжність			
		двох середніх результатів аналізування, виконаних у різних умовах, D_2	двох одночасних визначень, d_2	трьох одночасних визначень, d_3	результатів аналізування стандартного зразка від атестованого значення, δ
Від 0,002 до 0,005 включ.	0,0020	0,0025	0,0020	0,0025	0,0010
Понад 0,005 » 0,010 »	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
» 0,01 » 0,02 »	0,004	0,005	0,004	0,005	0,003
» 0,02 » 0,05 »	0,006	0,008	0,006	0,008	0,004
» 0,05 » 0,10 »	0,009	0,011	0,009	0,011	0,006

7 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ОПЕРАТОРА

7.1 До виконання вимірювань й оброблення їхніх результатів допускають осіб, які вивчили методику виконання вимірювань, інструкцію з обслуговування та експлуатації приладів, пройшли відповідний інструктаж і допущені до роботи в установленому на підприємстві (організації) порядку.

8 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

8.1 Під час аналізування треба дотримувати вимоги щодо безпеки, викладені в інструкціях, що діють у хімічних лабораторіях, і розроблені на підставі ДСТУ 7237, ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.010 та чинної нормативної документації.

8.2 ЗАСТОРОГА! Особливу увагу треба звернути на вибухонебезпечність хлорної кислоти в присутності аміаку, сполук азоту та будь-яких органічних матеріалів.

Код УКНД 77.080.01

Ключові слова: чавун, сталь, цирконій, фотометричний, екстракційно-фотометричний метод, наважка, похибка, градувальний графік, розчин, стандартний зразок.
