ГОСТ 13583.10—93
(ИСО 3390—76)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА МАРГАНЦА

Издание официальное

БЗ 1—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Кыргызстан	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 13583.10—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1995 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13583.10—81

© ИПК Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен на территории Российской Федерации в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

УДК 669.712:546.712—31.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

Методы определения оксида марганца

Alumina. Methods for the determination of manganese oxide

ГОСТ 13583.10—93 (ИСО 3390—76)

ОКСТУ 1711

Дата введения 1995—01—01

Настоящий стандарт распространяется на глинозем и устанавливает методы определения оксида марганца (II):

фотометрический — при массовой доле оксида марганца от 0,0001 до 0,0002 %;

атомно-абсорбционный — при массовой доле оксида марганца от 0,0005 до 0,0007 %, а также атомно-абсорбционный метод по ИСО 3390—76 (см. приложения 1 и 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25542.0.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на щелочном разложении пробы, выделении марганца периодатом калия и измерении оптической плотности окрашенного раствора перманганата калия при длине волны 525 нм.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 1:1 и 1:15.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, раствор 1:1.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, растворы с массовой долей 20 и 2 %.

Издание официальное

Аммоний надсерно-кислый по ГОСТ 20478, раствор с массовой долей 20 %.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Магний металлический по ГОСТ 804.

Магний серно-кислый, раствор: 3,0 г магния растворяют в 20 см³ раствора серной кислоты 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Калия периодат или натрия периодат.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Вода, не содержащая восстановителей: к 1000 см³ дистиллированной воды добавляют 5 см³ раствора серной кислоты 1:1, нагревают до кипения, добавляют несколько кристаллов периодата калия и кипятят 10 мин.

Калий марганцово-кислый по ГОСТ 20490.

Марганец металлический по ГОСТ 6008.

Стандартные растворы марганца

Раствор А: 0,2228 г марганцово-кислого калия растворяют в воде, добавляют 20 см³ раствора серной кислоты 1:1, 5—6 капель раствора пероксида водорода и упаривают до появления белых паров серной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают

или 0,0774 г марганца помещают в стакан вместимостью 200 см³, добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1, стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до растворения марганца. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г оксида марганца (II).

Раствор Б: 20 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см³ раствора Б содержит 0,000002 г оксида марганца (II).

2.2. Проведение анализа

2.2.1. 4,8 г углекислого натрия и 1,6 г борной кислоты помещают в платиновый тигель и перемешивают. Добавляют 2 г пробы и вновь тщательно перемешивают. Тигель накрывают крышкой и помещают в печь с температурой 500 °С. После прекращения бурной реакции температуру постепенно повышают до 1100 °С и выдерживают при этой температуре 20—30 мин до получения подвижного гомогенного плава. Тигель вынимают из печи и охлаждают. Затем помещают в стакан вместимостью 400 см³, содержащий 250 см³ горячей воды, и нагревают до полного растворения плава. Тигель извлекают из стакана, ополаскивают горячей водой стакан, за-

тем добавляют в тигель 15—20 см³ горячей воды и 10 капель азотной кислоты и нагревают до растворения возможных остатков плава на стенках тигля. Полученный раствор переносят в тот же стакан, тигель вновь ополаскивают горячей водой.

2.2.2. К раствору добавляют 20 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 20 %, нагревают до получения прозрачного раствора и приливают еще 5—10 см³ раствора гидроксида натрия. Затем приливают 5 см³ раствора надсерно-кислого аммония, кипятят 5—7 мин и добавляют 0,5 см³ этилового спирта для восстановления перманганата, который может образоваться в результате окисления надсерно-кислым аммонием. К раствору при постоянном перемешивании добавляют 5 см³ раствора серно-кислого магния, нагревают до кипения, затем оставляют на водяной бане до коагуляции осадка. Теплый раствор фильтруют через фильтр «белая лента», промывая стакан и фильтр с осадком 2—3 раза горячим раствором гидроксида натрия с массовой долей 2 %. Далее фильтр с осадком помещают в стакан, где проводилось осаждение, добавляют 15 см³ раствора серной кислоты 1:15, 10 капель азотной кислоты и 10 см³ воды. Раствор нагревают до температуры 70—80 °С, разрушая фильтр стеклянной палочкой. Стакан накрывают часовым стеклом и раствор выдерживают при этой температуре 10 мин, затем фильтруют в коническую колбу вместимостью 150 см³ с нанесенной на нее меткой, соответствующей объему 20 см³. Стакан и фильтр промывают 5—6 раз горячей водой. Раствор выпаривают до объема 20 см³. К полученному раствору добавляют 3 см³ раствора ортофосфорной кислоты, 0,25 г периодата калия или натрия, накрывают колбу часовым стеклом и кипятят 5—7 мин, затем оставляют при температуре, близкой к температуре кипения, до появления устойчивой фиолетовой окраски перманганата калия, поддерживая объем раствора около 20 см³, для чего по мере надобности приливают воду, не содержащую восстановителей. Раствор выдерживают на водяной бане 10 мин. Далее раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают до метки водой, не содержащей восстановителей, и перемешивают.

2.2.3. Через все стадии анализа проводят контрольный опыт, причем сплавление смеси углекислого натрия и борной кислоты проводят только до получения прозрачного плава.

2.2.4. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 525 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу оксида марганца в растворе находят по градуировочному графику.

2.2.5. Для построения градуировочного графика в семь стаканов вместимостью 400 см³ каждый добавляют 0; 1,0; 3,0; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,000002; 0,000006; 0,00001; 0,00002; 0,00003 и 0,00004 г оксида марганца. В каждый стакан добавляют 250 см³ воды, 20 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 20 %. Раствор нагревают, добавляют 0,5 см³ этилового спирта, при перемешивании 5 см³ раствора серно-кислого магния, нагревают до кипения и далее анализ продолжают согласно п. 2.2.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора марганца.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам оксида марганца строят градуировочный график.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю оксида марганца (II) (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса оксида марганца (II) в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески глинозема, г.

2.3.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида марганца, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	$d_{сх}$	$d_{вс}$
От 0,0001 до 0,0005 включ.	0,0001	0,0002
Св. 0,0005 » 0,0010 »	0,0003	0,0005
» 0,0010 » 0,0020 »	0,0004	0,0007
» 0,0020 » 0,0070 »	0,0005	0,0008

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Метод основан на кислотном или щелочном разложении пробы измерении атомной абсорбции марганца в пламени ацетилен — воздух при длине волны 279,5 нм.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями и источником излучения для марганца.

Ацетилен технический по ГОСТ 5457.

Вода, дважды дистиллированная, для приготовления растворов и проведения анализа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 1:1 и 1:10.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 8 моль/дм^3.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069, стружка. Стружку очищают ацетоном, высушивают в сушильном шкафу при температуре 100 °С 3—4 мин и охлаждают в эксикаторе.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор с массовой долей 0,2 %.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Раствор алюминия 26,5 г/дм^3: 26,50 г алюминия помещают в стакан вместимостью 1000 см^3, небольшими порциями добавляют 500 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, затем 1 см^3 раствора хлористого никеля или каплю ртути. После прекращения бурной реакции раствор нагревают до полного растворения стружки, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Марганец металлический по ГОСТ 6008.

Марганец хлористый по ГОСТ 612.

Стандартные растворы марганца

Раствор А: 0,7745 г марганца помещают в стакан вместимостью 200 см^3, добавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до растворения марганца. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают

или 2,7937 г предварительно высушенного при температуре 110 °С и охлажденного в эксикаторе хлористого марганца растворяют в стакане вместимостью 200 см^3 в 80 см^3 раствора соляной кислоты 1:10.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,001 г оксида марганца (II).

Раствор Б: 50,0 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00005 г оксида марганца (II).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Для анализа используют раствор пробы, приготовленный по ГОСТ Р 50332.1 (при применении раствора пробы, приготовленного методом разложения пробы сплавлением, используют азотно-кислый раствор.

Раствор контрольного опыта готовят по ГОСТ Р 50332.1, добавляя в мерную колбу 20 см³ раствора алюминия при кислотном разложении пробы и 100 см³ раствора алюминия при щелочном разложении пробы сплавлением.

Измеряют атомную абсорбцию марганца в растворе пробы параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта в пламени ацетилен—воздух при длине волны 279.5 нм.

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

3.2.2. Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью 250 см³ каждая отбирают 0; 0,5; 1,5; 3,0; 5,0 и 7,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,000025; 0,000075; 0,00015; 0,00025 и 0,00035 г оксида марганца. Во все колбы добавляют по 100 см³ раствора алюминия. В случае разложения пробы методом щелочного сплавления во все колбы добавляют также по 12 г углекислого натрия, 4,0 г борной кислоты и 50 см³ раствора азотной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию марганца в пламени ацетилен—воздух при длине волны 279,5 нм непосредственно до и после измерения атомной абсорбции марганца в растворе пробы.

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

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю оксида марганца (II) (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса оксида марганца (II), найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески глинозема, г.

3.3.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА МЕТОДОМ АТОМНОЙ АБСОРБЦИИ В ПЛАМЕНИ (ИСО 3390—76)

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод атомной абсорбции в пламени для определения содержания марганца в окиси алюминия, преимущественно используемой для производства алюминия.

Метод распространяется на продукт с содержанием марганца (Mn) от 0,0002 до 0,005 % (или от 0,000258 до 0,00646 % в пересчете на MnO).

Примечание. Если имеющееся в наличии оборудование не позволяет достаточно точно определить малое содержание марганца, рекомендуется предварительно экстрагировать марганец по методу, установленному в приложении 2.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 27798 Глинозем. Отбор и подготовка проб.

ГОСТ Р 50332.1 Глинозем. Методы разложения пробы и приготовление раствора.

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Растворение образца в соляной кислоте при температуре 250 °С в запаянной трубке из боросиликатного стекла.

Распыление раствора в воздушно-ацетиленовое пламя и определение содержания марганца спектрофотометрическим методом путем измерения поглощения линии излучения 279,4 нм, испускаемого марганцевой лампой с полым катодом.

4. РЕАКТИВЫ

При проведении анализа используют только аналитические реактивы (ос. ч. или х.ч.) и воду электрической проводимостью не менее 50 мкСм/м.

4.1 Соляная кислота плотностью около 1,19 г/см^3, раствор приблизительно 12 моль/дм^3.

4.2. Кислый раствор алюминия (основной раствор).

Взвешивают 60 г сверхчистого алюминия (99,999 %) в виде мелких стружек и протравливают в небольшом количестве азотной кислоты, ρ около 1,40 г/см^3. Промывают стружки водой и высушивают ацетоном.

Взвешивают 53,0 г сухих стружек с точностью до 0,02 г, помещают в химический стакан достаточной емкости и добавляют 600 см^3 раствора соляной кислоты (п. 4.1) и 300 см^3 воды.

Для ускорения реакции добавляют одну каплю ртути.

После прекращения реакции стакан помещают на песчаную баню или плиту и слабо нагревают до полного растворения алюминия. Затем добавляют еще

120 см³ раствора соляной кислоты (п. 4.1). Дают остыть, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки и перемешивают.

4.3. Марганец, стандартный раствор 0,5 г/дм³ 0,500 г марганца.

1 см³ данного стандартного раствора, приготовленного согласно п. 4.3.1 или 4.3.2, содержит 0,0005 г марганца.

4.3.1. Взвешивают 1,802 г тетрагидрата ($MnCl_2 \cdot 4H_2O$) хлористого марганца (II) с точностью до 0,0001 г, растворяют в воде, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки и перемешивают.

4.3.2. Взвешивают 0,500 г сверхчистого марганца с точностью до 0,0001 г, помещают в химический стакан достаточной емкости (например 200 см³) и добавляют 6 см³ воды и 6 см³ раствора соляной кислоты (п. 4.1). Нагревают стакан часовым стеклом и нагревают до полного растворения марганца. Охлаждают до комнатной температуры, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки и перемешивают.

4.4. Марганец, стандартный раствор 0,01 г/дм³.

В мерную колбу емкостью 500 см³ наливают 50,0 см³ стандартного раствора марганца (п. 4.4), разбавляют до метки и перемешивают. 1000 см³ полученного раствора содержит 0,001 мг марганца.

5. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура, а также указанная в пп. 5.1—5.3.

5.1. Прибор, указанный в ИСО 2073 (ГОСТ Р 50332.1) (разд. 5).

5.2. Атомно-абсорбционный спектрофотометр с горелкой на воздушно-ацетиленовой смеси (можно использовать горелку вместимостью 100 см³).

5.3. Марганцовая лампа с полым катодом.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6.1. Взятие навески

С точностью до 0,001 г взвешивают 2,00 г сухой пробы, приготовленной согласно ГОСТ 25389.

6.2. Построение градуировочного графика

6.2.1. *Приготовление эталонных растворов*

В каждую из девяти первых колб вместимостью 500 см³ наливают по 100 см³ основного раствора алюминия (п. 4.2), а затем стандартный раствор марганца (п. 4.5 или 4.4) в количествах, указанных в табл. 2.

Разбавляют до метки и перемешивают.

6.2.2. *Спектрофотометрические измерения*

Устанавливают марганцевую лампу с полым катодом (п. 5.3). Чтобы стабилизировать прибор (п. 5.2), его включают заранее. Устанавливают длину волны 279,5 нм и выбирают щель, наименее возможную, чтобы отделить линию 279,5 нм от марганцевого триплета (279,5—279,8—280,1 нм). Устанавливают давление воздуха и ацетилена согласно характеристике горелки так, чтобы получить окислительное пламя. Скорость подачи раствора должна быть от 2,5 до 5 см³/мин.

Подают в пламя эталонные растворы (п. 6.2.1) и измеряют интенсивность неполощенного излучения.

Подача растворов в пламя должна быть равномерной в течение всего времени измерения.

После каждого измерения через горелку пропускают воду.

Примечание. Рассеивание света при атомной абсорбционной спектроскопии вызывается наличием твердых частиц в пламени (преимущественно термо-

Таблица 2

Номер пункта настоящего стандарта	Объем стандартного раствора марганца, см³	Концентрация марганца	
		мг/дм³	%1
	0*	0	—**
4.5	5,0	0,01	0,00005
	15,0	0,03	0,00015
	30,0	0,06	0,0003
	50,0	0,10	0,0005
4.4	10,0	0,20	0,0010
	20,0	0,40	0,0020
	35,0	0,70	0,0035
	50,0	1,00	0,0050

* Контрольный раствор без марганца.

** При проведении основного испытания: 2 г образца в 100 см³ конечного раствора.

стойких), отражающих свет катодной лампы, что приводит к получению высоких показателей спектрального поглощения. Если не проводится предварительное экстрагирование марганца, указанное в приложение 2, и концентрация окиси алюминия составляет 2 г на 100 см³ конечного раствора, наблюдается сильное рассеяние света. Возникает необходимость проверки контрольного эталонного раствора с целью определения, является ли высокий показатель спектрального поглощения следствием рассеяния света (в этом случае результат не корректируется) или присутствия следов марганца в алюминии или реактивах, использовавшихся при приготовлении эталонных растворов (в этом случае результат корректируется), или следствием обоих этих факторов.

Рассеяние света определяют следующим образом:

1) отмечают показатель спектрального поглощения X контрольного калибровочного раствора, измеренный при длине волны 279,5 нм;

2) выбирают длину волны, близкую к измеренной (например 270,2 нм) и устанавливают потенциометром такое же усилие сигнала как в п. 1. Отмечают показатель спектрального поглощения Y на этой длине волны; $X—Y$ дает тогда скорректированный показатель поглощения Z для контрольного раствора без марганца;

3) вычитают полученное значение Z из показателей спектрального поглощения эталонных растворов и строят градуировочный график, показатели спектрального поглощения по отношению к содержанию марганца в эталонных растворах.

6.2.3. *Построение градуировочного графика*

Строят градуировочный график, отмечая на оси абсцисс содержание марганца (или оксида марганца) в эталонных растворах в миллиграммах на литр, на оси ординат — соответствующие показатели спектрального поглощения за вычетом показателя Z, полученного для контрольного раствора без марганца.

6.3. Определение

6.3.1. *Приготовление раствора для испытания*

Приготавливают раствор для испытания согласно ГОСТ Р 50332.1.

6.3.2. *Контрольные испытания*

Одновременно с основным проводят контрольные испытания, используя те же количества реактивов и ту же методику, что и при проведении основного испытания.

6.3.3. *Спектрофотометрические измерения*

Проводят измерения растворов с образцами (п. 6.3.1) и раствора контрольного испытания (п. 6.3.2) одновременно с эталонными растворами (п. 6.2.1), как указано в п. 6.2.2.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

По градуировочному графику (п. 6.2.3) определяют массу марганца, соответствующую показателям спектрального поглощения растворов с образцами и контрольного раствора.

Массовую долю марганца (Мп) в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{(m_1 - m_2)\cdot 100}{m_0 \cdot 10 \cdot 1000} = \frac{m_1 - m_2}{m_0 \cdot 100},$$

где m_0 — масса образца, г (п. 6.1);

m_1 — масса марганца, обнаруженного в растворе с образцом, мг;

m_2 — масса марганца, обнаруженного в контрольном растворе, г.

Массовую долю в процентах в пересчете на оксид марганца определяют, умножая полученный выше результат на 1,291.

8. ПРОТОКОЛ АНАЛИЗА

Протокол анализа должен содержать следующие данные:

идентификацию исследуемого материала;

ссылку на применяемый метод;

результаты анализа и способ их выражения;

особенности, отмеченные в процессе анализа;

операции, не предусмотренные в настоящем стандарте или считающиеся необязательными.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЕ ЭКСТРАГИРОВАНИЕ МАРГАНЦА

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

После растворения образца отделяют марганец, экстрагируя (2-метил-8-хинолинол)-марганцовое соединение хлороформом из щелочного раствора после добавления винной кислоты и цианистого калия при pH 11,8. Выпаривают хлороформ и растворяют остаток в соляной кислоте.

2. РЕАКТИВЫ

Реактивы, указанные в разд. 4 и пп. 2.1—2.6.

2.1. Хлороформ.

2.2. Соляная кислота, 0,1 моль/дм^3.

2.3. Винная кислота, раствор 200 г/дм^3.

2.4. Цианистый калий, раствор 20 г/дм^3 (см. п. 3).

2.5. Гидроксид натрия, раствор 500 г/дм^3.

2.6. 2-метил-8-хинолинол, 20 г/дм^3 уксуснокислого раствора.

Растворяют 2 г 2-метил-8-хинолинола ($C_{10}H_9NO$) в 5 см^3 ледяной уксусной кислоты, приблизительно 1,05 г/см^3, и разбавляют водой до 100 см^3.

3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ АНАЛИЗИРУЕМОГО РАСТВОРА

Предупреждение. Поскольку цианистый калий очень ядовит, с ним следует обращаться с большой осторожностью. В частности, к растворам, содержащим цианистые соединения, не следует добавлять кислоты, так как это может вызвать выделение цианистого водорода.

Следуя методике, установленной в п. 6.3.1, добавляют 14,4 см^3 раствора соляной кислоты (п. 4.1) и 4 см^3 воды. Далее переливают раствор в химический стакан достаточной емкости. Накрывают стакан и выпаривают раствор на плите до кристаллизации. Растворяют остаток в 60 см^3 и добавляют 25 см^3 раствора винной кислоты (п. 2.3).

Примечание. Раствор винной кислоты (п. 2.3) добавляют перед подщелачиванием раствора, чтобы предотвратить осаждение окиси марганца и неполное экстрагирование.

4. ЭКСТРАГИРОВАНИЕ МАРГАНЦА

К раствору (разд. 3) медленно добавляют 18 см^3 раствора гидроксида натрия и перемешивают до полного растворения осадка гидроксида алюминия. При этом не следует приливать слишком много гидроксида натрия. Добавляют 10 см^3 раствора цианистого калия (п. 2.4), 5 см^3 раствора 2-метил-8-хинолинола (п. 2.6) и при постоянном перемешивании приливают по каплям раствор гидроксида натрия (п. 2.5) до растворения осадка хинальдина. Следует избегать избытка гидроксида натрия.

Охлаждают до комнатной температуры и доводят pH раствора по 11,8, добавляя раствор гидроксида натрия (п. 2.5). Если pH выше нормы, добавляют его до нужного уровня, добавляя раствор соляной кислоты (п. 2.2).

Примечание. Часто наблюдается выпадение черного осадка, который полностью исчезает во время экстрагирования.

Переливают раствор в делительную воронку вместимостью 200 см^3 и экстрагируют, добавляя по 10 см^3 хлороформа (п. 2.1) до тех пор, пока органический слой не перестанет зеленеть (обычно бывает достаточно четырех или пяти экстрагирований). Собирают хлороформный экстракт в химический стакан, а водный раствор сливают.

Примечание. Чтобы обезвредить цианид в водной фазе, добавляют 2 г гептагидрата сернокислого железа (II) ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$), хорошо перемешивают и сливают.

Затем в химический стакан приливают раствор соляной кислоты (п. 4.1), накрывают его и медленно выпаривают на плитке.

Растворяют остаток в нескольких миллилитрах раствора соляной кислоты (п. 2.2) и переливают в мерную колбу емкостью 50 см^3, обмывая стакан тем же раствором соляной кислоты. Охлаждают до комнатной температуры, добавляют до метки раствором соляной кислоты (п. 2.2) и перемешивают.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Делают так, как указано в п. 6.2, но при приготовлении эталонных растворов не добавляют кислый раствор алюминия (п. 4.2).

Экстрагированный раствор должен иметь удвоенную концентрацию по сравнению с анализируемым раствором, приготовленным согласно п. 6.3.1, то есть 2 г образца на 50 см^3.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83—79	2.1, 3.1
ГОСТ 612—75	3.1
ГОСТ 804—93	2.1
ГОСТ 2603—79	3.1
ГОСТ 3118—77	3.1
ГОСТ 4038—79	3.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4328—77	2.1
ГОСТ 4461—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4658—73	3.1
ГОСТ 5457—75	3.1
ГОСТ 6008—90	2.1, 3.1
ГОСТ 6552—80	2.1
ГОСТ 9656—75	2.1, 3.1
ГОСТ 10929—76	2.1
ГОСТ 11069—74	3.1
ГОСТ 18300—87	2.1
ГОСТ 20478—75	2.1
ГОСТ 20490—75	2.1
ГОСТ 25542.0—93	1
ГОСТ Р 50332.1—92	3.2.1, Приложение 1
ГОСТ 25389—93	Приложение 1
ГОСТ 27798—93	Приложение 1

Изменение № 1 ГОСТ 13583.10—93 Глинозем. Методы определения оксида марганца

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 17 от 22.06.2000)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 3562

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Вводная часть. Заменить значения: 0,0002 % на 0,002 %; 0,0007 % на 0,007 %.

Раздел 2. Первый абзац после слов «разложении пробы, выделении» дополнить словами: «оксигидрата марганца на коллекторе, окислении».

Пункт 2.3.2. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Таблица 1

Массовая доля оксида марганца, %	Допускаемое расхождение, абс. %	
	$d_{сх}$	$d_{вс}$
От 0,0001 до 0,0002 включ.	0,0001	0,0002
Св. 0,0002 » 0,0005 »	0,0002	0,0003
» 0,0005 » 0,0010 »	0,0003	0,0005
» 0,0010 » 0,0020 »	0,0004	0,0007
» 0,0020 » 0,0070 »	0,0005	0,0008

Пункт 3.1. Двенадцатый абзац. Заменить слова: «небольшими порциями добавляют 500 см^3» на «накрывают часовым стеклом и небольшими порциями добавляют 600 см^3».

(ИУС № 12 2000 г.)

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Л. А. Кузнецова*
Корректор *Н. Л. Шнайдер*

Сдано в наб. 10.06.95. Подп. в печ. 31.07.95. Усл. печ. л. 0,93. Усл. кр.-отт. 0,93. Уч.-изд. л. 0,90. Тир. 408 экз. С 2693.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1419
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru