УДК 669.25 : 546.621.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОБАЛЬТ

Метод определения алюминия

COBALT
Method for the determination of aluminium

ГОСТ 741.11—80

Взамен
ГОСТ 741.11—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 января 1980 г. № 48 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения алюминия (при массовой доле алюминия от 0,0001 до 0,2%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 741.0—80.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ (от 0,0001 до 0,002%)

2.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в отделении кобальта электролизом с ртутным катодом с последующим фотоколориметрическим определением с эриохромцианином-R при pH 6,0.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Прибор для электролиза с ртутным катодом и кварцевым электролизером.

pH-метр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78, разбавленная 1 : 1.

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815—76, 2%-ный свежеприготовленный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, перегнанный, плотностью 0,91 г/см^3 и разбавленный 1 : 1 и 1 : 10.

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1 : 4.

Эриохромцианин-R, 0,075%-ный раствор: 0,375 г реактива помещают в кварцевый стакан, добавляют 12,5 г хлористого натрия, 12,5 г азотнокислого натрия, 1 мл азотной кислоты и около 200 мл воды. Все тщательно перемешивают и на другой день фильтруют через плотный фильтр «синяя лента» в мерную колбу вместимостью 500 мл. Раствор в колбе доводят водой до метки и перемешивают. Раствор пригоден к применению в течение двух недель.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, 20%-ный раствор.

Ртуть по ГОСТ 4658—73.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—79.

Алюминий по ГОСТ 11069—74.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 0,1 г алюминия растворяют на теплой плите в 10 мл соляной кислоты. После разложения всей навески раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, доливают до метки водой, тщательно перемешивают и переливают в сухой полиэтиленовый сосуд.

1 мл раствора содержит 0,2 мг алюминия.

Раствор Б: 5,0 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, доводят водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,002 мг алюминия.

Раствор готовят перед применением.

Аммоний роданистый.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Насыщенный раствор роданистого аммония в ацетоне.

Все кислоты, аммиак и воду хранят в полиэтиленовых сосудах с завинчивающимися крышками.

2.3. Проведение анализа

Навеску кобальта массой 0,5—1,0 г помещают в кварцевый стакан вместимостью 250—300 мл и разлагают при нагревании в 10—15 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. Затем добавляют 3—5 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и осторожно доводят до появления обильных паров серной кислоты. Стакан снимают с плиты и после охлаждения прибавляют 80—100 мл воды. Сернокислые соли растворяют при слабом нагревании.

Приготовленный таким образом раствор переносят в кварцевый электролизер и проводят электролиз с ртутным катодом при силе тока 4—5 А. Полноту выделения кобальта проверяют капельной пробой с насыщенным раствором роданида аммония в ацетоне. Электролит и промывные воды переводят в кварцевый стакан, который помещают на плиту и выпаривают содержимое стакана досуха (не закаливая). К сухому остатку добавляют 8—10 капель

соляной кислоты, разбавленной 1 : 4, слегка подогревают, добавляют 5—7 мл воды, 0,5 мл раствора аскорбиновой кислоты, 2 мл раствора эриохромцианина-R, 15 мл раствора уксуснокислого натрия и устанавливают pH 6,0±0,1 на pH-метре, используя вначале аммиак, разбавленный 1 : 1, а затем аммиак, разбавленный 1 : 10. Раствор переносят из стакана в мерную колбу вместимостью 50 мл, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 536—540 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Раствором сравнения служит вода.

Одновременно с пробой через все стадии анализа ведут контрольный опыт на загрязнение реактивов алюминием.

Из найденного значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают среднее значение оптической плотности раствора контрольного опыта.

Содержание алюминия находят по градуировочному графику.

2.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 50 мл приливают по шесть капель соляной кислоты, разбавленной 1 : 4, из микробюретки вводят 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 мл стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,001; 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010 мг алюминия, приливают по нескольку миллилитров воды, по 0,5 мл аскорбиновой кислоты и далее проводят анализ, как указано в п. 2.3.

В показания оптической плотности стандартных растворов вносят поправку, равную оптической плотности раствора, не содержащего алюминия, и строят градуировочный график.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески кобальта, г.

2.5.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 20 отн. %. Метод обязателен при выполнении контрольных анализов.

3. ФЛОТАЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЮМИНИЯ (при массовой доле от 0,0005 до 0,2%)

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппаратура, реактивы и растворы те же, что указаны в п. 2.2, и дополнительно.

Кислота уксусная по ГОСТ 18270—72, ос. ч.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Ацетатный буферный раствор pH 6,2; 200 г уксуснокислого натрия (плавленного) всыпают мелкими порциями в воду при помешивании, добавляют 4 мл ледяной уксусной кислоты, разбавляют до 1 л водой, фильтруют.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

3.2. Проведение анализа

Навеску кобальта массой (см. табл. 1) помещают в кварцевый стакан вместимостью 250—300 мл и разлагают при нагревании в 10—15 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, затем добавляют 5 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и осторожно выпаривают досуха, не закаливая. Стакан снимают с плиты и после охлаждения приливают 20 мл воды, растворяют сернокислые соли при слабом нагревании.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Масса навески, г	Объем мерной колбы, мл	Аликвотная часть раствора, мл
От 0,0005 до 0,0008	1	—	—
Св. 0,0008 „ 0,0018	0,5	—	—
„ 0,0018 „ 0,0028	1	100	25
„ 0,0028 „ 0,01	1	100	10
„ 0,01 „ 0,03	0,5	250	10
„ 0,03 „ 0,07	0,2	250	10
„ 0,07 „ 0,15	0,2	250	5
„ 0,15 „ 0,20	0,2	500	5

Раствор или аликвотную часть раствора переносят в стакан вместимостью 50 мл, добавляют 1 мл 2%-ного раствора аскорбиновой кислоты, прибавляют 5 мл раствора эриохромцианина-R и 15 мл буферного раствора. Устанавливают pH раствора 6,0±0,2 по pH-метру, добавляя по каплям раствор аммиака 1 : 10 или 0,2 М соляную кислоту. Раствор количественно переносят в делительную воронку, приливают 15 мл бензола и воронку встряхивают в течение 1 мин (осадок алюминия с реагентом сине-фиолетового цвета). После расслаивания фаз сливают водный слой во вторую делительную воронку, промывают бензольный слой 5 мл буферного раствора и сливают его в анализируемый раствор. Из анализируемого раствора повторно проводят флотацию со свежей порцией бензола. Водный слой отбрасывают, а органические фазы объединяют. Во вторую делительную воронку, содержащую на стенках остатки осадка алюминия, приливают 2 мл 0,2 М соляной кислоты, встряхивают делительную воронку, сливают эту кислоту с растворенным алюминием в первую делительную воронку. Осадок алюминия растворяют при встряхивании, сливают раствор в чистый стакан вместимостью 50 мл. Рефлотацию повторяют 2 мл

0,2 М соляной кислоты, а затем бензольный слой промывают 2—3 мл воды, которую сливают в тот же стакан.

В стакан добавляют 0,5 мл аскорбиновой кислоты, 2 мл раствора эриохромцианина-R, 15 мл буферного раствора, устанавливают pH 6,0±0,2 с помощью разбавленного раствора аммиака или 0,2 М соляной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл, доливают водой до метки, перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при длине волны 535 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения используют воду.

Одновременно с пробой через весь ход анализа ведут контрольный опыт на загрязнение реактивов алюминием.

Из найденного значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают среднее значение оптической плотности раствора контрольного опыта. Комплекс устойчив в течение 30 мин.

Содержание алюминия находят по градуировочному графику.

3.3. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью по 50 мл приливают 0; 0,5; 1; 2; 4; 5 мл стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,001; 0,002; 0,004; 0,008; 0,010 мг алюминия, приливают воду до 10 мл, далее добавляют 1 мл аскорбиновой кислоты, 5 мл эриохромцианина-R, 15 мл буферного раствора, устанавливают pH 6,0±0,2 и флотируют, как указано в п. 3.2.

Примечание. Градуировочные графики, проведенные через стадию флотации и без флотации (с добавлением аскорбиновой кислоты), практически совпадают.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески кобальта, г.

3.4.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Допускаемые расхождения, отн. %
От 0,0005 до 0,05	20
Св. 0,05 „ 0,2	10

Изменение № 1 ГОСТ 741.11—80 Кобальт. Метод определения алюминия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.01.86 № 54 срок введения установлен

с 01.07.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 741.0—80 на ГОСТ 741.1—80.

Пункт 2.2. Шестой абзац. Заменить слова: «2 %-ный свежеприготовленный раствор» на «свежеприготовленный раствор 20 $г/дм^3$»;

девятый абзац. Заменить слова: «0,075 %-ный раствор» на «раствор 0,75 $г/дм^3$»;

десятый абзац. Заменить слова: «20 %-ный раствор» на «раствор 200 $г/дм^3$».

Пункт 2.3. Второй абзац. Исключить слова: «(не закаливая)».

Пункт 2.4. Первый абзац. Исключить слова: «из микробюретки».

Пункт 2.5.2 изложить в новой редакции: «2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2».

Пункт 3.1 дополнить абзацем: «Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, 0,2 М раствор».

Пункт 3.2. Первый абзац. Исключить слова: «не закаливая»; второй абзац. Исключить слова: «2 %-ного».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

(Продолжение см. с. 82)

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0001 до 0,0002 включ.	0,00006
Св. 0,0002 » 0,0004 »	0,00012
» 0,0004 » 0,0008 »	0,00025
» 0,0008 » 0,0015 »	0,0005
» 0,0015 » 0,003 »	0,001
» 0,003 » 0,006 »	0,002
» 0,006 » 0,012 »	0,004
» 0,012 » 0,03 »	0,008
» 0,03 » 0,06 »	0,015
» 0,06 » 0,12 »	0,02
» 0,12 » 0,2 »	0,03

(ИУС № 5 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 741.11—80 Кобальт. Метод определения алюминия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает *флотационно-фотометрический* метод *определения алюминия* при массовой доле его от 0,0004 до 0,2 %».

Раздел 2 исключить.

Раздел 3 Наименование. Исключить слова: **«(при массовой доле от 0,0005 до 0,2 %)».**

Раздел 3 дополнить пунктом— 3.1*а* (перед п. 3.1): «3.1а. Сущность метода

Метод основан на измерении светопоглощения комплексного соединения алюминия с эриохромцианином-R при длине волны 535 нм после предварительного отделения алюминия флотацией в форме комплексного соединения с эриохромцианином-R».

Пункт 3.1 изложить в новой редакции: «3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

pH-метр.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, растворы 0,2 М и 1 : 4.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—84, раствор 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4207—75, раствор 1 : 1.

Кислота аскорбиновая, раствор 20 г/дм^3, используют свежеприготовленный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 18270—72.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и растворы 1 : 1 и 1 : 10.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Натрий азотно-кислый по ГОСТ 4168—79.

Натрий уксусно-кислый по ГОСТ 199—78.

Ацетатный буферный раствор с pH 6,2: 200 г уксусно-кислого натрия порциями по 10—20 г растворяют в 500 см^3 воды, приливают 4 см^3 уксусной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и фильтруют.

Эриохромцианин-R, раствор 0,75 г/дм^3: 0,375 г реактива помещают в кварцевый стакан, добавляют 12,5 г хлористого натрия, 12,5 г азотно-кислого натрия, 1 см^3 азотной кислоты и 200 см^3 воды.

(Продолжение см. с. 48)

Все тщательно перемешивают и оставляют стоять 12—24 ч. Затем фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят до метки водой.

Раствор используют в течение двух недель.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

Алюминий по ГОСТ 11069—74.

Стандартные растворы алюминия

Раствор А: 0,1000 г алюминия растворяют при температуре 40—60 °С в 10 см³ соляной кислоты, с добавлением 3—4 капель азотной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и переносят в сухую полиэтиленовую емкость.

1 см³ раствора содержит $2 \cdot 10^{-4}$ г алюминия.

Раствор Б: 5,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят до метки водой.

1 см³ раствора содержит $2 \cdot 10^{-6}$ г алюминия.

Раствор готовят перед применением.

Все растворы хранят в полиэтиленовых емкостях».

Пункт 3.2. Третий — шестой абзацы изложить в новой редакции: «В стакан добавляют 0,5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 2 см³ раствора эриохромцианина-R, 15 см³ буферного раствора, устанавливают pH 6,0 ± 0,2 и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки водой и измеряют светопоглощение раствора при длине волны 535 нм.

Комплекс устойчив в течение 30 мин.

В качестве раствора сравнения используют воду.

Массу алюминия в анализируемом растворе находят по градуировочному графику с поправкой на массу алюминия в растворе контрольного опыта».

Пункты 3.3, 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ приливают шесть капель раствора соляной кислоты 1 : 4 и вводят 0; 0,50; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 см³ стандартного раствора Б, что соответствует (0; 0,001; 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010) · 10^{-3} г алюминия, добавляют 5 см³ воды, 0,5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и далее в соответствии с п. 3.2.

По полученным значениям светопоглощения и соответствующим им массам алюминия строят градуировочный график с поправкой на значение светопоглощения градуировочного раствора, не содержащего алюминия.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (*d*), и результатов двух анали-

(Продолжение см. с. 49)

зов, характеризующие воспроизводимость метода (D), не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,0004 до 0,0008 включ.	0,0033	0,0004
Св. 0,0008 » 0,0015 »	0,0005	0,0007
» 0,0015 » 0,003 »	0,001	0,001
» 0,003 » 0,006 »	0,002	0,003
» 0,006 » 0,012 »	0,004	0,004
» 0,012 » 0,030 »	0,008	0,008
» 0,030 » 0,060 »	0,015	0,015
» 0,06» 0,12 »	0,02	0,02
» 0,12 » 0,20 »	0,03	0,03

(ИУС № 2 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru