ГОСТ 20996.7—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.776:546.621.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы определения алюминия

ГОСТ 20996.7—82*

Selenium.
Method of aluminium determination

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. № 2481 дата введения установлена

01.07.83

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения алюминия (при массовой доле алюминия 0,002—0,06 %).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20996.0—82.

2а. МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ АЛЮМИНОНА

2а.1. Сущность метода

Метод основан на реакции образования окрашенного соединения ионов алюминия с алюминоном при pH 4,5—4,8 после предварительного отделения селена выпариванием с бромистоводородной кислотой и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 530 нм.

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Фотоколориметр.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.
Кислота уксусная по ГОСТ 61—75 и раствор 0,2 моль/дм^3.
Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор 20 г/дм^3.
Кислота бензойная техническая по ГОСТ 6413—77.
Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.
Алюминон.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.
Желатин пищевой по ГОСТ 11293—89.
Алюминий по ГОСТ 11069—74.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

** Издание (июль 2000 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 3—88)*

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 2000

Стандартные растворы алюминия:

Раствор А: навеску алюминия массой 0,1 г растворяют в 10—15 $см^3$ соляной кислоты (1:1), переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг алюминия.

Раствор Б: аликвотную часть 10 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,01 мг алюминия.

Составной алюминоновый буферный раствор: навеску аммония уксуснокислого массой 125 г помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, добавляют 200—250 $см^3$ воды, 15—20 $см^3$ уксусной кислоты, перемешивают и проверяют значение pH на pH-метре. В отдельной посуде растворяют 0,25 г алюминона в 15 $см^3$ воды и переносят в мерную колбу, в которой готовили уксуснокислый раствор. Также отдельно растворяют 5 г бензойной кислоты в 25 $см^3$ спирта, переносят его в ту же мерную колбу и перемешивают. Смесь разбавляют водой до метки и перемешивают.

В стакан вместимостью 100 $см^3$ помещают 2,5 г желатина, прибавляют 70—80 $см^3$ воды и через час нагревают до растворения желатина. Горячий раствор вливают в стакан со 150 $см^3$ воды и перемешивают. После охлаждения раствор смешивают с уксуснокислым раствором (в мерной колбе) в стакане вместимостью 1000 $см^3$.

Приливают воды до объема 950 $см^3$ и устанавливают pH раствора аммиаком (1:1) в пределах 4,5—4,8 (по индикаторной бумаге или на pH-метре). Раствор перемешивают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. Фильтруют полученный раствор через двойной плотный фильтр, собирая фильтрат в склянку из темного стекла с притертой пробкой. Прозрачный раствор хранят в темном месте.

Кислота бромисто-водородная по ГОСТ 2062—77.

Кислота тиогликолевая, 10 %-ный раствор.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску селена в зависимости от массовой доли алюминия (табл. 1) помещают в стакан вместимостью 250—300 $см^3$, приливают 15—30 $см^3$ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом (стеклянной пластинкой) и выдерживают без нагревания до прекращения бурной реакции выделения окислов азота.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Навеска пробы, г	Мерная колба, $см^3$	Аликвотная часть, $см^3$
От 0,002 до 0,005 включ.	1	100	50
Св. 0,005 » 0,02 »	1	100	20
» 0,02 » 0,06 »	0,5	100	10

Стекло (пластинку) снимают, обмывают водой над стаканом и нагревают раствор до растворения навески и выпаривают досуха. Приливают 8—10 $см^3$ азотной кислоты и снова выпаривают досуха. Выпаривание с 5—7 $см^3$ азотной кислоты повторяют два раза.

К сухому остатку приливают 2—3 $см^3$ соляной кислоты, выпаривают досуха, приливают 2—3 $см^3$ бромистоводородной кислоты и вновь выпаривают досуха. Выпаривание с бромистоводородной кислотой повторяют. Затем к сухому остатку приливают 2—3 $см^3$ соляной кислоты, выпаривают досуха. Выпаривание с соляной кислотой повторяют два раза. Удаление двуокиси селена допускается проводить нагреванием на плите при температуре 280—290 °С, как описано в ГОСТ 20996.4—82.

Приливают 2—3 $см^3$ соляной кислоты, 25—30 $см^3$ воды и нагревают до растворения солей. После охлаждения переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Из мерной колбы отбирают аликвотную часть раствора согласно табл. 1 и переносят ее в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. К раствору добавляют по каплям аскорбиновую кислоту или 1—2 капли раствора тиогликолевой кислоты для восстановления и связывания железа в бесцветный комплекс, при этом большой избыток кислоты нежелателен. Если анализируемый раствор бесцветный, то добавляют 1 каплю кислоты.

К раствору в мерной колбе приливают 15—17 см³ буферного алюминонового раствора, нагревают на водяной бане не более 5 мин до образования «алюминиевого лака». Охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. Через 15 мин измеряют величину оптической плотности раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 530—535 нм и кювету с толщиной поглощающего слоя 20 или 30 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу алюминия находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В восемь мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 7,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 и 0,07 мг алюминия, доливают водой до 10 см³, прибавляют 1—2 капли аскорбиновой кислоты или тиогликолевой кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.1.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 100 \cdot 100}{m V 1000},$$

где m_1 — количество алюминия, найденное по градуировочному графику, мг;

V — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески селена, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать величин, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Абсолютное допустимое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений	полученных в лабораториях разных предприятий
От 0,002 до 0,005 включ.	0,001	0,002
Св. 0,005 » 0,010 »	0,002	0,004
» 0,010 » 0,030 »	0,004	0,006
» 0,03 » 0,06 »	0,01	0,02

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ ХРОМАЗУРОЛА

5.1. Сущность метода

Метод основан на реакции образования окрашенного комплекса ионов алюминия с хромазуролом при pH 5,7—5,8 в присутствии тиогликолевой кислоты для маскирования ионов железа и меди и последующем измерении оптической плотности при длине волны 545 нм.

5.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр любого типа или спектроколориметр «Спекол».

pH-метр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, растворы 1:1 и 0,1 моль/дм³, приготовленный из стандарт-титра.

Кислота тиогликолевая, 4 %-ный водный раствор (по объему).

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Ацетатный буферный раствор с pH 5,8—6,0: навеску уксуснокислого натрия массой 75 г растворяют в 150 см³ воды, приливают 1,5 см³ уксусной кислоты (плотностью 1,07) и разбавляют водой до объема 250 см³. Контролируют значение pH на pH-метре.

Хромазурол S, водно-спиртовой раствор 0,02 г/дм³; растворяют 0,2 г хромазурола в 30 см³ воды, приливают 25 см³ этилового спирта и разбавляют водой до объема 100 см³. Если раствор мутный, его фильтруют.

Фенолфталеин по ТУ 6-09-5360—87, спиртовой раствор 0,01 г/дм^3.
Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор 0,8 г/дм^3.
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.
Алюминий первичный по ГОСТ 11069—74.
Стандартные растворы алюминия по п. 2.2.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску селена массой в зависимости от массовой доли алюминия (табл. 3) помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, закрывают стакан покровным стеклом и выдерживают без нагревания до прекращения бурной реакции выделения окислов азота. Стекло снимают, обмывают его водой над стаканом и раствор выпаривают при нагревании досуха.

Таблица 3

Массовая доля алюминия, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, см^3	Аликвотная часть, см^3
От 0,002 до 0,005 включ.	2,0	100	20
Св. 0,005 до 0,01 включ.	2,0	100	10
Св. 0,01 до 0,06 включ.	1,0	100	5

Приливают еще 7—10 см^3 азотной кислоты и снова выпаривают досуха.

К сухому остатку приливают 3—5 см^3 соляной кислоты, 3—5 см^3 бромистоводородной кислоты и выпаривают досуха. Снова приливают по 3—5 см^3 соляной и бромистоводородной кислот и выпаривание досуха повторяют. Затем добавляют 5 см^3 соляной кислоты, 25—30 см^3 воды и нагревают раствор до растворения солей. После охлаждения помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора согласно табл. 3 и помещают ее в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют водой до объема 25 см^3. К раствору приливают 1—2 капли фенолфталеина и нейтрализуют раствором гидроокиси калия до появления малинового окрашивания раствора, затем добавляют по каплям раствор соляной кислоты 0,1 моль/дм^3 до обесцвечивания и еще 5 см^3. Приливают 0,3 см^3 раствора тиогликолевой кислоты, перемешивают.

Через 5 мин разбавляют водой до объема 50 см^3, добавляют 1 см^3 раствора хромазурола S, 10 см^3 спирта, 5 см^3 ацетатного буферного раствора, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Через 15 мин измеряют величину оптической плотности раствора на спектрофотометре или спектроколориметре «Спекол» при длине волны 545 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа и содержащий 1 см^3 хромазурола.

Массу алюминия определяют по градуировочному графику.

5.3.2. *Построение градуировочного графика*

В ряд мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,015; 0,020; 0,025; 0,03 мг алюминия. Разбавляют водой до объема 15 см^3, прибавляют 1—2 капли фенолфталеина и далее продолжают анализ, как указано в п. 3.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 V 100}{m V_1 1000},$$

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

V — вместимость мерной колбы, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески селена, г.

5.4.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать величин, приведенных в табл. 2.

5.4.3. При разногласиях в оценке массовой доли алюминия применяют метод с алюминоном (разд. 2).

Раздел 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 18.08.2000. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 105 экз. С 5689. Зак. 719.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru