УДК 669.74 : 546.56.06 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАРГАНЕЦ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ
Методы определения содержания меди

Metallic manganese. Methods for the determination of copper content

ГОСТ 16698.9—71

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 17/II 1971 г. № 260 срок введения установлен

с 1/VII 1972 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на металлический марганец и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания меди (при содержании меди от 0,0005 до 0,10%) и объемный йодометрический метод определения содержания меди (при содержании меди от 1,0 до 4,0%).

1 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 16698.0—71.

2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании в аммиачной среде при pH 9 окрашенного в бурый цвет комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия. От всех мешающих элементов медь предварительно отделяют в слабокислом растворе осаждением серноватистокислым натрием. По интенсивности окраски комплекса находят содержание меди.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-М или другого типа.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 5.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67 и разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—63.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—66, 20%-ный раствор.

Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864—71, 0,5%-ный водный раствор.

Натрий пирофосфорнокислый по ГОСТ 342—66, 10%-ный раствор.

Желатина пищевая по ГОСТ 11293—65, раствор 5 *г/л*, свежеприготовленный.

Стандартный раствор меди; готовят следующим образом: 0,1 *г* электролитной меди по ГОСТ 1124—41 растворяют в 10 *мл* разбавленной 1 : 1 азотной кислоты, прибавляют 10 *мл* разбавленной 1 : 1 серной кислоты и выпаривают раствор до появления паров серного ангидрида. Соли растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 *л*, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

1 *мл* раствора содержит 0,0001 *г* меди.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *При содержании меди от 0,0005 до 0,002%*

Навеску металлического марганца 10 *г* помещают в стакан вместимостью 500—600 *мл* и накрывают часовым стеклом. Слегка приоткрыв часовое стекло, приливают небольшими порциями (во избежание разбрызгивания) 150 *мл* разбавленной 1 : 5 серной кислоты. После прекращения бурной реакции содержимое стакана умеренно нагревают для окончательного растворения всей навески, затем разбавляют горячей водой до 250—300 *мл*, прибавляют 25 *мл* горячего 20%-ного раствора серноватистокислого натрия и кипятят до полной коагуляции осадка сернистой меди и серы (до просветления раствора).

Раствор с осадком оставляют на 5—10 *мин*, а затем фильтруют через фильтр «белая лента» и промывают 6—8 раз горячей водой. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель № 3, высушивают, озоляют и прокаливают при 500—600°С в течение 30—40 *мин*. После охлаждения осадок в тигле растворяют при умеренном нагревании в 5—6 *мл* разбавленной 1 : 1 азотной кислоты и 2 *мл* разбавленной 1 : 1 серной кислоты, после чего выпаривают до выделения паров серного ангидрида, охлаждают, обмывают стенки тигля водой и повторяют выпаривание. Содержимое тигля разбавляют 10—12 *мл* воды и фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 *мл*. Фильтр и тигель промывают 5—6 раз небольшими порциями воды, после чего фильтр отбрасывают. Фильтрат доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

Отбирают пипеткой 50 *мл* полученного раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, прибавляют 20 *мл* 10%-ного раствора пирофосфорнокислого натрия, 10 *мл* водного раствора аммиака, 10 *мл* 0,5%-ного раствора желатины и 10 *мл* 0,5%-ного

раствора диэтилдитиокарбамата натрия. После добавления каждого реактива раствор хорошо перемешивают. Содержимое колбы доливают водой до метки и снова тщательно перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 435—455 *ммк*) в кювете с толщиной слоя 50 *мм*. В качестве раствора сравнения применяют воду. Одновременно проводят контрольный опыт на содержание меди в реактивах.

По найденному значению оптической плотности анализируемого раствора с учетом поправки контрольного опыта находят содержание меди по калибровочному графику.

2.3.2. *При содержании меди от 0,002 до 0,10%*

Навеску металлического марганца 2 *г* помещают в стакан вместимостью 250—300 *мл* и приливают 40—50 *мл* разбавленной 1 : 5 серной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до растворения навески, затем, слегка сдвинув часовое стекло, осторожно по каплям прибавляют концентрированную азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора и еще в избыток 3—5 *мл*. Окисленный раствор нагревают до удаления окислов азота, а затем выпаривают до обильного выделения паров серного ангидрида. Содержимое стакана охлаждают, приливают 150—200 *мл* воды, 20 *мл* разбавленной 1 : 1 серной кислоты и нагревают до полного растворения солей. Нерастворимый осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают осадок на фильтре и стакан 5—6 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 500—600 *мл*. Раствор разбавляют горячей водой до 250—300 *мл*, прибавляют 25 *мл* 20%-ного горячего раствора серноватистокислого натрия и кипятят до полной коагуляции осадка сернистой меди и серы (до просветления раствора). Затем раствор с осадком оставляют на 5—10 *мин*, после чего фильтруют через фильтр «белая лента» и промывают 6—8 раз горячей водой. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель № 3, высушивают, озоляют и прокаливают при 500—600°С в течение 30—40 *мин*.

После охлаждения осадок в тигле растворяют при умеренном нагревании в 5—6 *мл* разбавленной 1 : 1 азотной кислоты и 2 *мл* разбавленной серной кислоты, а затем выпаривают до выделения паров серного ангидрида, охлаждают, обмывают стенки тигля водой и повторяют выпаривание. Содержимое тигля разбавляют 10—12 *мл* воды и фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 *мл*. Фильтр и тигель промывают 5—6 раз небольшими порциями воды, после чего фильтр отбрасывают. Фильтрат доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

Отбирают пипеткой аликвотную часть раствора 50 *мл* (при содержании меди от 0,002 до 0,01%), 25 *мл* (при содержании меди свыше 0,01 до 0,05%) и 10 *мл* (при содержании меди свыше 0,05

до 0,10%), помещают в мерную колбу вместимостью 100 *мл* и разбавляют водой до 40 *мл*. Затем к раствору приливают 20 *мл* 10%-ного раствора пирофосфорнокислого натрия, 10 *мл* водного раствора аммиака, 10 *мл* 0,5 %-ного раствора желатины и 10 *мл* 0,5%-ного раствора диэтилдитиокарбамата натрия. После добавления каждого реактива раствор хорошо перемешивают. Содержимое колбы доливают водой до метки и снова перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной слоя 50 *мм*. При содержании меди до 0,01% пользуются синим светофильтром (область светопропускания 435—455 *ммк*), а при содержании меди свыше 0,01% — зеленым светофильтром (область светопропускания 480—520 *ммк*).

В качестве раствора сравнения применяют воду.

По найденному значению оптической плотности анализируемого раствора с учетом поправки контрольного опыта находят содержание меди по калибровочному графику.

2.3.3. *Построение калибровочного графика для определения содержания меди от 0,0005 до 0,01%*

В пять мерных колб вместимостью по 100 *мл* наливают из микробюретки 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1 *мл* стандартного раствора меди, что соответствует 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,1 *мг* меди. В шестую колбу стандартный раствор меди не добавляют, она служит для определения поправки на содержание меди в реактивах. В каждую колбу прибавляют по 1 *мл* разбавленной 1 : 1 серной кислоты, по 40 *мл* воды, по 20 *мл* 10%-ного раствора пирофосфорнокислого натрия, по 10 *мл* водного раствора аммиака, по 10 *мл* 0,5%-ного раствора желатины и по 10 *мл* 0,5%-ного раствора диэтилдитиокарбамата натрия. После прибавления каждого реактива растворы перемешивают. Содержимое колб доливают водой до метки и вновь хорошо перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 435—455 *ммк*) в кювете с толщиной слоя 50 *мм*.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

По найденным значениям оптической плотности растворов с учетом поправки на загрязнение реактивов и соответствующим концентрациям меди строят калибровочный график.

2.3.4. *Построение калибровочного графика для определения содержания меди от 0,01 до 0,1%*

В пять мерных колб вместимостью по 100 *мл* наливают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 *мл* стандартного раствора меди, что соответствует 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 и 0,25 *мг* меди. В шестую колбу стандартный раствор меди не добавляют, она служит для определения поправки на содержание меди в реактивах. В каждую колбу прибав-

ляют по 1 *мл* разбавленной 1 : 1 серной кислоты, по 40 *мл* воды, по 20 *мл* 10%-ного раствора пирофосфорнокислого натрия, по 10 *мл* водного раствора аммиака, по 10 *мл* раствора желатины и по 10 *мл* раствора диэтилдитиокарбамата натрия. После прибавления каждого реактива содержимое колб перемешивают, доливают водой до метки и снова хорошо перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 480—520 *ммк*) в кювете с толщиной слоя 50 *мм*. В качестве раствора сравнения применяют воду.

По найденным значениям оптической плотности растворов с учетом поправки на загрязнение реактивов и соответствующим концентрациям меди строят калибровочный график.

2.4. Подсчет результатов анализа

2.4.1. Содержание меди в металлическом марганце (*X*) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g \cdot 100}{G \cdot 1000},$$

где:

g — количество меди, найденное по калибровочному графику, в *мг*;

G — навеска, соответствующая аликвотной части раствора, в *г*.

2.4.2. Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать величин, указанных в таблице.

Содержание меди в %	Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа в %, абс. %
От 0,0005 до 0,001	0,0003
Св. 0,001 » 0,0025	0,0006
» 0,0025 » 0,005	0,0012
» 0,005 » 0,01	0,002
» 0,01 » 0,05	0,004
» 0,05 » 0,10	0,006

3. ОБЪЕМНЫЙ ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ

3.1. Сущность метода

Метод основан на восстановлении двухвалентной меди до одновалентной йодидом калия в слабокислом растворе; выделившийся при этом йод оттитровывают серноватистокислым натри-

ем От всех мешающих элементов медь предварительно отделяют осаждением серноватистокислым натрием.

3 2 Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204—66 и разбавленная 1 1 и 1 . 5

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67 и разбавленная 1 . 1

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64 и разбавленный 1 · 1

Кислота уксусная по ГОСТ 61—69

Калий йодистый по ГОСТ 4232—65

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—66, 30%-ный раствор и титрованный раствор Титрованный раствор готовят следующим образом: 12,4 *г* серноватистокислого натрия растворяют в 1 *л* свежепрокипяченной воды и устанавливают титр через 2—3 дня. Раствор хранят в склянке из темного стекла

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—62, 1%-ный раствор, готовят следующим образом· 1 *г* крахмала размешивают с 20 *мл* воды, вливают в колбу, содержащую 80 *мл* горячей воды, нагревают и кипятят 1 *мин.*

Медь электролитическая высокой чистоты

Установка титра 0,05 н раствора серноватистокислого натрия по двухромовокислому калию

Навеску 1 *г* перекристаллизованного двухромовокислого калия предварительно высушенного при 180—200°С, растворяют в 150 *мл* воды Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 *мл*, разбавляют водой до метки и перемешивают Затем отбирают пипеткой три аликвотные части раствора по 25 *мл* (навеска 0,05 *г*) в колбы вместимостью по 300 *мл* каждая, прибавляют по 2 *г* йодистого калия, перемешивают до растворения, прибавляют по 10 *мл* разбавленной 1 1 соляной кислоты и, закрыв притертой пробкой, оставляют на 2—3 *мин*, после чего разбавляют водой до 200 *мл* и титруют выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия до перехода бурого цвета раствора в желто-зеленый После этого приливают по 2 *мл* раствора крахмала и продолжают титровать до перехода синей окраски раствора в светло-зеленую

Титр раствора серноватистокислого натрия *(Т)*, выраженный в *г/мл* меди, вычисляют по формуле·

$$T = \frac{G \cdot 1{,}2965}{v},$$

где:

v — количество раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование двухромовокислого калия, в *мл*;

1,2965 — коэффициент пересчета двухромовокислого калия на медь;

G — навеска двухромовокислого калия в *г*.

Установка титра 0,05 н раствора серноватистокислого натрия по электролитической меди

Навеску электролитической меди 0.2 *г* растворяют при нагревании в 20 *мл* разбавленной азотной кислоты, добавляют 10 *мл* разбавленной 1 : 1 серной кислоты и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты, после чего охлаждают, обмывают стенки стакана водой и продолжают выпаривание до обильного выделения паров серной кислоты. Соли растворяют в 100 *мл* воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 *мл*, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают пипеткой три аликвотные части раствора по 50 *мл*, помещают в колбы вместимостью по 500 *мл*, прибавляют по 2 *г* йодистого калия, перемешивают до растворения, добавляют по 10 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, закрывают притертой пробкой и оставляют на 2—3 *мин*.

Содержимое колб разбавляют водой до 200 *мл* и титруют выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия до перехода бурого цвета раствора в светло-желтый, затем приливают по 2 *мл* раствора крахмала и продолжают титровать до полного исчезновения синей окраски (раствор с присутствующим в нем осадком становится светлого, слегка кремового цвета).

Титр раствора серноватистокислого натрия (*T*), выраженный в *г/мл* меди, вычисляют по формуле:

$$T = \frac{C \cdot G}{v \cdot 100},$$

где

G — навеска электролитической меди в *г*;

v — количество раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование, в *мл*;

C — содержание меди в электролитической меди в %.

3.3. Проведение анализа

Навеску металлического марганца 2 *г* (при содержании меди от 1,0 до 2,0%) и 1 *г* (при содержании меди свыше 2,0 до 4,0%) помещают в стакан вместимостью 250—300 *мл* и приливают 40—50 *мл* разбавленной 1 : 5 серной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до растворения навески. Затем, слегка сдвинув часовое стекло, осторожно по каплям приливают концентрированную азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора и еще в избыток 3—5 *мл*.

Раствор нагревают до удаления окислов азота, а затем выпаривают до обильного выделения паров серного ангидрида. Содержимое стакана охлаждают, приливают 200 *мл* воды, 20 *мл* разбавленной 1 : 1 серной кислоты и нагревают до полного растворения солей. Нерастворимый осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают осадок на фильтре и стакан 5—6 раз горя-

чей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 500—600 *мл*. Затем раствор нагревают до кипения, прибавляют 25 *мл* горячего раствора серноватистокислого натрия и кипятят до полной коагуляции осадка сернистой меди и серы (до просветления раствора).

Раствор с осадком оставляют на 5—10 *мин*, а затем фильтруют через фильтр «белая лента» и промывают 6—8 раз горячей водой. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель № 3, высушивают, озоляют и прокаливают при 500—600°С в течение 30—40 *мин*. Прокаленный осадок после охлаждения переносят в плоскодонную колбу вместимостью 250 *мл* с широким коротким горлом и растворяют в 7 *мл* концентрированной азотной кислоты. Если часть осадка трудно отделяется от тигля, то в тигель прибавляют 5 *мл* концентрированной азотной кислоты и нагревают несколько минут.

После растворения всей окиси меди раствор сливают в стакан с основной массой осадка и промывают тигель минимальным количеством воды. Колбу нагревают на песчаной бане до полного растворения осадка окиси меди, затем в нее прибавляют 3 *мл* бромной воды и осторожно выпаривают раствор сперва на песчаной, а затем на водяной бане до сиропообразного состояния. Содержимое колбы охлаждают, приливают 10 *мл* воды и нагревают. Если при этом соли полностью не растворяются, то постепенно, по каплям, вводят разбавленную 1 : 4 азотную кислоту до полного растворения солей. Далее нейтрализуют кислоту разбавленным аммиаком, прибавляя его по каплям до начала выпадения осадка гидрата окиси меди. Если при нейтрализации аммиаком раствор приобретает интенсивную синюю окраску, то пробу нагревают на водяной бане до полного разложения аммиачного комплекса меди и образования гидроокиси меди.

Осадок гидроокиси меди растворяют, добавляя уксусную кислоту по каплям, и в избыток 2—3 *мл*, нагревают до просветления раствора (в течение 1—2 *мин*), разбавляют водой до 50—60 *мл* и охлаждают. К раствору прибавляют 2 *г* йодистого калия, перемешивают до растворения и титруют выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия до перехода бурого цвета раствора в светло-желтый, затем прибавляют 2 *мл* раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора.

3.4. Подсчет результатов анализа

3.4.1. Содержание меди в металлическом марганце (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{T \cdot V \cdot 100}{G},$$

где:

T — титр раствора серноватистокислого натрия, выраженный в *г/мл* меди;

V — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, в *мл*;

G — навеска в *г*.

3.4.2. Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать 0,1 абс. %.

Изменение № 1 ГОСТ 16698.9—71 Марганец металлический. Методы определения содержания меди

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.05.84 № 1703 срок введения установлен

с 01.12.84

Под наименованием стандарта проставить код ОКСТУ 0809.

Наименование стандарта изложить в новой редакции: **«Марганец металлический и марганец металлический азотированный. Методы определения меди** Metallic manganese and nitrated manganese. Methods for the determination of copper».

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения меди при массовой доле меди в металлическом марганце и металлическом азотированном марганце от 0,005 до 0,05 %».

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

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 16698.0—71 на ГОСТ 13020.0—75;

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73».

Раздел 2. Наименование изложить в новой редакции: **«2. Фотометрический метод».**

Пункт 2.2. Второй абзац изложить в новой редакции: «Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр»;

седьмой абзац. Заменить слова: «20%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %»; восьмой абзац. Заменить слова: «0,5 %-ный водный раствор» на «водный раствор с массовой долей 0,5 %»;

девятый абзац. Заменить слова: «10%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %»;

(Продолжение см. стр. 66)

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «0,1 г электролитной меди по ГОСТ 1124—41» на «0,1 г меди по ГОСТ 859—78»;

заменить ссылки: ГОСТ 4204—66 на ГОСТ 4204—77, ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 10484—63 на ГОСТ 10484—78, ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79, ГОСТ 342—66 на ГОСТ 342—77, ГОСТ 11293—65 на ГОСТ 11293—78, ГОСТ 8864—58 на ГОСТ 8864—71;

исключить слова: «по ГОСТ 4215—66».

Пункт 2.3.1 исключить.

Пункт 2.3.2. Наименование исключить;

четвертый абзац. Заменить значение: «от 0,002» на «от 0,005»;

исключить слова: «и 10 мл (при содержании меди свыше 0,05 до 0,10 %)»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 453 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 400 до 480 нм»;

последний абзац. Заменить слово: «калибровочному» на «градуировочному».

Пункт 2.3.3 исключить.

Пункт 2.3.4. Наименование пункта. Исключить слова: *«для определения содержания меди от 0,01 до 0,1 %»*;

второй абзац. Заменить слова: «Оптическую плотность растворов измеряют на фотоколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 480—520 ммк) в кювете с толщиной слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют воду» на «Далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.2».

Пункт 2.4.1. Формулу и экспликацию изложить в новой редакции:

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

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

m — масса навески, г.

(Продолжение см. стр. 67)

Пункт 2.4.2. Таблицу изложить в новой редакции:

Массовая доля меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,01	0,004
Св. 0,01 » 0,02	0,007
» 0,02 » 0,05	0,010

Раздел 3 исключить.

Стандарт дополнить разделом — 4:

«4. Атомно-абсорбционный метод

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении навески в хлорной и фтористоводородной кислотах, распылении раствора в пламя воздух-ацетилен и измерении атомной абсорбции меди при длине волны 324,7 нм.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрометр атомно-абсорбционный пламенный любого типа с источником излучения для меди.

Баллон с ацетиленом.

Ацетилен газообразный по ГОСТ 5457—75.

Компрессор, обеспечивающий подачу сжатого воздуха; баллон со сжатым воздухом или сжатый воздух из воздухопровода.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота хлорная плотностью 1,53 или 1,67 г/см^3.

Марганец металлический по ГОСТ 6008—82.

Медь по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г меди растворяют при нагревании в 25 см^3 раствора азотной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация меди в растворе А равна 0,0001 г/см^3.

Раствор Б; готовят следующим образом: 100 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация меди в растворе Б равна 0,00001 г/см^3.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску металлического марганца или металлического азотированного марганца массой 0,5 г помещают в платиновую или стеклоуглеродистую

(Продолжение см. стр. 68)

чашку, добавляют 10 см³ фтористоводородной и 10 см³ хлорной кислот, растворяют при нагревании и упаривают до удаления паров хлорной кислоты. Стенки чашки обмывают водой и выпаривают досуха. В охлажденную чашку прибавляют 10 см³ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, затем прибавляют 50—60 см³ воды, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

Через весь ход анализа проводят контрольный опыт.

Распыляют раствор контрольного опыта и раствор анализируемой пробы в пламя воздух-ацетилен до получения стабильных показаний для каждого раствора. Перед распылением каждого раствора распыляют воду для промывания системы и проверки нулевой точки. Измеряют атомную абсорбцию при длине волны 324,7 нм.

После вычитания значения атомной абсорбции раствора контрольного опыта из значения атомной абсорбции раствора анализируемой пробы находят массовую концентрацию меди в растворе анализируемой пробы по градуировочному графику.

4.3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести платиновых или стеклоуглеродистых чашек приливают 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 25,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000025; 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00025 г меди. Шестая чашка, не содержащая стандартный раствор, служит для проведения контрольного опыта Затем в каждую чашку помещают навеску металлического марганца массой 0,5 г, по 10 см³ фтористоводородной и по 10 см³ хлорной кислот. Далее анализ проводят, как указано в п. 4.3.1.

Градуировочный график строят по результатам, полученным после вычитания значения абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор меди, из значений абсорбции растворов, содержащих стандартный раствор, и соответствующим им массовым концентрациям меди.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot v}{m} \cdot 100,$$

где C — массовая концентрация меди в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

v — общий объем раствора, см³;

m — масса навески, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице (см. п. 2.4.2)».

(ИУС № 9 1984 г.)

Изменение №.2 ГОСТ 16698.9—71 Марганец металлический и марганец металлический азотированный. Методы определения меди

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.09.89 № 2979

Дата введения 01.07.90

Раздел 1 Заменить ссылки ГОСТ 13020 0 75 на ГОСТ 27349 87, ГОСТ 6613 - 73 на ГОСТ 6613—86

Пункт 2 2 Десятый абзац изложить в новой редакции «Желатин пищевой по ГОСТ 11293 78, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 5 г/дм^3».

Пункт 2 3 4 Наименование Заменить слово «калибровочного» на «градуировочного»,

заменить значения «0,05, 0,10, 0,15, 0,20 и 0,25 мг» на «0,00005, 0,0001, 0,00015; 0,0002 и 0,00025 г»;

исключить слово· «10 % ного»,

последний абзац изложить в новой редакции «По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам никеля строят градуировочный график»

Пункт 2 4. Наименование изложить в новой редакции «2.4 Обработка результатов»

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции «2 4 2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли меди приведены в таблице.

(Продолжение см. с. 98)

Массовая доля меди, %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях d_k	двух параллельных определений d	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения c
От 0,005 до 0,01 включ	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
Св 0,01 » 0,02 »	0,006	0,007	0,006	0,007	0,004
» 0,02 » 0,05 »	0,01	0,01	0,01	0,01	0,005

Пункт 4.3.2. Второй абзац. Заменить слова «массовым концентрациям меди» на «массам меди».

Пункт 4.4.2 изложить в новой редакции: «4.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли меди приведены в таблице».

(ИУС № 1 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru