ГОСТ 16698.12—84

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАРГАНЕЦ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ И МАРГАНЕЦ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ АЗОТИРОВАННЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.74:543.06:006.354 Группа В19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАРГАНЕЦ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ И МАРГАНЕЦ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ АЗОТИРОВАННЫЙ

Метод определения кальция и магния

Metallic manganese and nitrated metallic manganese.
Method for determination of calcium and magnesium

ГОСТ 16698.12—84*

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17 мая 1984 г. № 1647 дата введения установлена

01.07.85

Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения кальция и магния при их массовой доле в металлическом марганце и металлическом азотированном марганце от 0,10 до 0,70 % каждого.

Метод основан на растворении навески в хлорной и фтористо-водородной кислотах, распылении раствора в пламени воздух-ацетилен или закись азота-ацетилен и измерении атомной абсорбции кальция при длине волны 422,7 нм, магния при длине волны 285,2 нм.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473—90.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—86.

1.1, 1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями и с источником излучения для кальция и магния.

Баллон с газообразным ацетиленом по ГОСТ 5457—75.

Закись азота газообразная.

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

Вода деионизированная или бидистиллят для приготовления водных растворов и проведения анализа.

Воду очищают на ионообменных смолах — сильнокислотном катионите и сильноосновном анионите со слоем смолы высотой 200 мм, диаметром 25 мм, пропуская через колонки со скоростью 7—10 $см^3$/мин.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

* *Переиздание (июль 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1989 г. (ИУС 1—90).*

© Издательство стандартов, 1984
© ИПК Издательство стандартов, 1999

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

Кислота хлорная плотностью 1,53 или 1,67 г/см³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, растворы с массовой долей 0,1 и 4 %.

Индикатор метиловый оранжевый, водный раствор с массовой долей 0,1 %.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 25 %.

Лантан азотнокислый, раствор с массовой долей 5 %.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, раствор с массовой долей 5 %.

Марганец металлический по ГОСТ 6008—90.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74, раствор: 0,1 г алюминия растворяют в 30 см³ раствора соляной кислоты при слабом нагревании. После полного растворения алюминия раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Кальция окись по ГОСТ 8677—76, предварительно прокаленная при температуре 600—650 °С до постоянной массы, стандартные растворы.

Раствор А: 0,6996 г окиси кальция смачивают водой, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты, нагревают до полного растворения, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация кальция в растворе А равна 0,001 г/см³.

Массовую концентрацию раствора окиси кальция устанавливают гравиметрическим методом. Для этого три аликвотные части раствора по 20 см³ каждая помещают в стаканы вместимостью 250 см³, прибавляют 100 см³ горячей воды, 50 см³ раствора щавелевокислого аммония с массовой долей 4 % и оставляют раствор с выпавшим осадком щавелевокислого кальция в теплом месте на 10—15 мин. Затем прибавляют 2—3 капли метилового оранжевого; нейтрализуют водным раствором аммиака до изменения окраски индикатора и добавляют 1 см³ в избыток. Раствор с осадком кипятят 1—2 мин и через 15—18 ч осадок отфильтровывают на плотный фильтр, затем промывают осадок 6—8 раз раствором щавелевокислого аммония с массовой долей 0,1 %.

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре от 1000 до 1100 °С до постоянной массы. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Одновременно проводят контрольный опыт.

Массовую концентрацию раствора окиси кальция (С), выраженную в г/см³ кальция, вычисляют по формуле

$$C = \frac{[(m - m_1) - (m_2 - m_3)]\ 0{,}7147}{V},$$

где m — масса тигля с осадком окиси кальция, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса тигля с осадком контрольного опыта, г;

m_3 — масса пустого тигля, в котором находится осадок контрольного опыта, г;

V — объем раствора окиси кальция, взятый для установления массовой концентрации, см³;

0,7147— коэффициент пересчета окиси кальция на кальций.

Раствор Б: 100 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация кальция в растворе Б равна 0,0001 г/см³.

Магний металлический по ГОСТ 804—93, стандартный раствор: 0,1 г магния растворяют в 40 см³ раствора соляной кислоты при нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация магния в растворе равна 0,0001 г/см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску металлического марганца или металлического азотированного марганца массой 0,25 г помещают в платиновую или стеклоуглеродистую чашку, добавляют 10 см³ фтористоводородной и 10 см³ хлорной кислоты, растворяют при нагревании и выпаривают до удаления паров хлорной кислоты. Стенки чашки обмывают водой и выпаривают досуха. В охлажденную чашку прибавляют 5 см³ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, затем прибавляют 50—60 см³ воды и переводят содержимое чашки в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть 20 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 4 см³ соляной кислоты, 1 см³ раствора азотнокислого лантана или 1 см³ хлористого калия и доливают до метки водой.

Через весь ход анализа проводят контрольный опыт.

Распыляют раствор контрольного опыта и раствор анализируемой пробы в пламени воздух-ацетилен или закись азота-ацетилен в порядке увеличения абсорбции до получения стабильных показаний для каждого раствора. Перед распылением каждого раствора распыляют воду для промывания системы и проверки нулевой точки. Измеряют атомную абсорбцию кальция при длине волны 422,7 нм и магния при длине волны 285,2 нм.

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

3.2. Построение градуировочного графика

При определении в пламени воздух-ацетилен в восемь из девяти платиновых или стеклоуглеродистых чашек приливают из микробюретки или пипетки 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 1,25; 1,50; 1,75 и 2,00 см³ стандартного раствора Б кальция и стандартного раствора магния, что соответствует 0,000025; 0,000050; 0,000075; 0,00010; 0,000125; 0,000150; 0,000175 и 0,00020 г кальция (магния). Девятая чашка, не содержащая стандартные растворы, служит для проведения контрольного опыта. Затем в каждую чашку помещают навеску металлического марганца массой 0,25 г, прибавляют по 1,4 см³ раствора алюминия, прибавляют 10 см³ фтористоводородной и 10 см³ хлорной кислоты, растворяют при нагревании и упаривают содержимое чашки до удаления паров хлорной кислоты. Стенки чашки обмывают водой и выпаривают досуха. В охлажденную чашку прибавляют 8 см³ раствора соляной кислоты и нагревают до растворения солей, затем прибавляют 50—60 см³ воды, 1 см³ азотнокислого лантана или 1 см³ хлористого калия, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

При определении в пламени закись азота-ацетилен в восемь из девяти мерных колб вместимостью 100 см³ прибавляют из микробюретки или пипетки 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 1,25; 1,50; 1,75 и 2,00 см³ стандартного раствора Б кальция и стандартного раствора магния, что соответствует 0,000025; 0,000050; 0,000075; 0,00010; 0,000125; 0,000150; 0,000175 и 0,00020 г кальция (магния). Девятая колба, не содержащая стандартные растворы, служит для проведения контрольного опыта.

Измерение абсорбции полученных растворов проводят, как указано в п. 3.1.

Градуировочный график строят по результатам измерений, полученным после вычитания значения абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор кальция или магния, из значений абсорбции растворов, содержащих стандартный раствор, и соответствующим им массам кальция или магния.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{C_1 V}{m} \cdot 100,$$

где C_1 — массовая концентрация кальция (магния) в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора, используемый для измерения абсорбции, $см^3$;

m — масса навески в растворе, используемом для измерении абсорбции, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли кальция (магния) приведены в таблице.

Массовая доля кальция (магния), %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемое расхождение, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях, $d_к$	двух параллельных определений d_2	двух параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения δ
От 0,1 до 0,2 включ.	0,02	0,02	0,02	0,02	0,01
Св. 0,2 » 0,5 »	0,03	0,03	0,02	0,03	0,02
» 0,5 » 0,7 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,02

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *Н С Гришанова*
Корректор *Н И Гаврищук*
Компьютерная верстка *Т В Александровой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 28 06 99 Подписано в печать 06 08 99 Усл печ л 0,93 Уч -изд л 0,48
Тираж 120 экз С 3460 Зак 1663

ИПК Издательство стандартов,107076, Москва, Колодезныи пер , 14
Набрано в Калужскои типографии стандартов на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул Московская, 256
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru