УДК 669.74 : 546.621.06 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАРГАНЕЦ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

Методы определения содержания алюминия

Metallic manganese. Methods for the determination of aluminium content

ГОСТ 16698.10—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 алюминия (при содержании алюминия от 0,005 до 0,50%) и объемный трилонометрический метод определения содержания алюминия (при содержании алюминия от 0,5 до 2%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании в ацетатнобуферной среде окрашенного в красный цвет внутрикомплексного соединения алюминия с алюминоном. По интенсивности окраски комплекса находят содержание алюминия. Мешающие определению элементы предварительно отделяют осаждением избытком щелочи.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-М или другого типа.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 и разбавленная 1 : 1, 1 : 9.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64 и разбавленный 1 : 1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—60, 20%-ный раствор.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 20%-ный раствор.

Уротропин, 30%-ный раствор.

Аскорбиновая кислота (витамин С) по ГОСТ 4815—54, 2%-ный раствор.

Алюминон (аммонийная соль ауринтрикарбоновой кислоты) по ГОСТ 9859—61, раствор 1 *г/л;* готовят следующим образом: 0,1 *г* алюминона растворяют в небольшом количестве холодной воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, доливают водой до метки, перемешивают и оставляют на сутки. Раствор годен к применению в течение 4 дней.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—68, 10%-ный свежеприготовленный раствор.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 3761—65, 2%-ный раствор.

Квасцы железоаммонийные (железо III-аммоний сернокислый) по ГОСТ 4205—68, раствор; готовят следующим образом: 8,63 *г* железоаммонийных квасцов растворяют при слабом нагревании в 500 *мл* воды, содержащей 5 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, и доливают водой до 1 *л*.

1 *мл* раствора содержит 0,001 *г* железа.

Алюминий хлористый, стандартные растворы.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 *г* спектрально-чистого алюминия растворяют в 10 *мл* концентрированной соляной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 3—5 *мл* концентрированной соляной кислоты и снова выпаривают досуха Обработку соляной кислотой с последующим выпариванием досуха повторяют. Сухой остаток растворяют при нагревании в 20 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, доливают горячей водой до 100 *мл* и отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 1 *л* Затем раствор охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

1 *мл* раствора А содержит 0,0001 *г* алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 50 *мл* раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 *мл*, доливают водой до метки и перемешивают.

1 *мл* раствора Б содержит 0,00001 *г* алюминия.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску металлического марганца 1 *г* (при содержании алюминия от 0,005 до 0,1%) или 0,2 *г* (при содержании алюминия свыше 0,1 до 0,5%) помещают в стакан вместимостью 300—400 *мл* и накрывают часовым стеклом. Слегка сдвинув часовое стекло, приливают небольшими порциями (во избежание разбрызгивания) 25—30 *мл* разбавленной 1 · 1 азотной кислоты. После окончания бурной реакции содержимое стакана нагревают на песчаной бане до окончательного растворения всей навески, добавляют 10 *мл* раствора железоаммонийных квасцов, а затем раствор вы-

паривают досуха, приоткрыв часовое стекло. Охладив стакан, его накрывают часовым стеклом, осторожно приливают через носик стакана небольшими порциями 15—20 *мл* концентрированной соляной кислоты и умеренно нагревают до просветления раствора, а затем снова выпаривают раствор на песчаной бане досуха. Обработку соляной кислотой с последующим выпариванием досуха повторяют. К сухому остатку приливают 5—10 *мл* концентрированной соляной кислоты, нагревают до растворения солей, разбавляют небольшим количеством горячей воды и фильтруют раствор через фильтр «белая лента» в стакан вместимостью 300—400 *мл*.

Осадок на фильтре промывают несколько раз горячей водой и отбрасывают. К раствору приливают 30 *мл* 20%-ного раствора хлористого аммония и нейтрализуют аммиаком до начала выпадения гидрата окиси железа, который затем осторожно растворяют в разбавленной 1 : 1 соляной кислоте, после этого добавляют 30%-ный раствор уротропина до полного осаждения гидратов окиси железа и алюминия (приблизительно 30 *мл*) и дают выделившемуся осадку отстояться на водяной бане при 70—80°С в течение 10—15 *мин*. Затем осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 5—6 раз горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония и количественно переносят в стакан, в котором велось осаждение.

Осадок растворяют в 20 *мл* горячей разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, кипятят в течение 2—3 *мин*, нейтрализуют 20%-ным раствором едкого натра до слабокислой реакции и нагревают до кипения. Подготовленный таким образом раствор вливают тонкой струей в мерную колбу вместимостью 200 *мл*, содержащую 25—30 *мл* 20%-ного раствора едкого натра, также нагретого до кипения, и кипятят 2—3 *мин*. Содержимое колбы энергично перемешивают, охлаждают, доливают водой до метки и вновь перемешивают. После отстаивания осадка раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Отбирают 100 *мл* щелочного раствора, подкисляют разбавленной 1 : 1 соляной кислотой (по лакмусовой бумаге) и приливают 5 *мл* кислоты в избыток, кипятят в течение 10—15 *мин* для разложения алюминатов и выпаривают с целью уменьшения объема, затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 20 *мл* (при исходной навеске 1 *г* и содержании алюминия от 0,005 до 0,05%), 10 *мл* (при исходной навеске 1 *г* и содержании алюминия свыше 0,05 до 0,10%) или 10 *мл* (при исходной навеске 0,2 *г* и содержании алюминия свыше 0,1 до 0,5%), помещают в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, приливают разбавленный 1 :1 раствор аммиака до слабощелочной реакции (по лакмусовой бумаге), а затем подкис-

ляют разбавленной 1 : 9 соляной кислотой и приливают 2 *мл* кислоты в избыток. К содержимому колбы прибавляют 5 *мл* 2%-ного раствора аскорбиновой кислоты, 2 *мл* раствора алюминона и 10 *мл* 10%-ного раствора уксуснокислого аммония. После прибавления каждого реактива раствор перемешивают. Полученный раствор доливают до метки водой и перемешивают. Через 10—15 *мин* измеряют оптическую плотность раствора на фотоколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 435—455 *ммк*) в кювете с толщиной слоя 50 *мм*. В качестве раствора сравнения применяют воду.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт на содержание алюминия в реактивах.

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

2.3.2. *Построение калибровочного графика*

В шесть мерных колб вместимостью по 100 *мл* каждая наливают из микробюретки 0,5; 1; 2; 3; 4 и 5 *мл* стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,01; 0.02; 0,03; 0,04 и 0,05 *мг* алюминия. В седьмую колбу стандартный раствор не вносят, она служит для определения поправки на содержание алюминия в реактивах.

Растворы разбавляют водой до 25 *мл*, приливают по 2 *мл* разбавленной 1 : 9 соляной кислоты, по 5 *мл* 2%-ного раствора аскорбиновой кислоты, по 2 *мл* 0,1%-ного раствора алюминона и по 10 *мл* 10%-ного раствора уксуснокислого аммония. После прибавления каждого реактива растворы перемешивают. Полученные растворы доливают водой до метки и перемешивают. Через 15—20 *мин* измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре 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 алюминия строят калибровочный график.

2.4 Подсчет результатов анализа

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

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

где:

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

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

2.4.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа не должны превышать величин, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Содержание алюминия в %	Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа в абс. %
От 0,005 до 0,01	0,002
Св. 0,01 » 0,025	0,004
» 0,025 » 0,05	0,01
» 0,05 » 0,10	0,015
» 0,10 » 0,20	0,02
» 0,20 » 0,50	0,03

3. ОБЪЕМНЫЙ ТРИЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании бесцветного внутрикомплексного соединения алюминия с трилоном Б в растворе при pH 5—6 и обратном титровании избытка трилона Б раствором соли цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого. Мешающие определению элементы предварительно отделяют осаждением избытком щелочи.

3.2. Реактивы и растворы

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 9.

Аммиак водный по ГОСТ 4760—64 и разбавленный 1 : 1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—60, 20%-ный раствор.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66.

Уротропин, 30%-ный раствор.

Цинк металлический, содержащий 99,99% цинка.

Цинк хлористый по ГОСТ 4529—69, 0,01 М раствор; готовят следующим образом: 0,6537 *г* металлического цинка растворяют при нагревании в 20 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 *л*, доливают водой до метки и перемешивают.

Ксиленоловый оранжевый, 0,05%-ный свежеприготовленный раствор.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—68.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—69, ледяная.

Ацетатно-буферная смесь (pH 5—6); готовят следующим образом: 500 *г* уксуснокислого аммония растворяют в воде, прибавляют 20 *мл* ледяной уксусной кислоты и доливают водой до 1 *л*.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—68, раствор; готовят следующим образом: 8,63 *г* железоаммонийных квасцов растворяют при слабом нагревании в 500 *мл* воды, содержащей 5 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, и разбавляют водой до 1 *л*.

Трилон Б (комплексон III, двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—63, 0,01 М раствор; готовят следующим образом: 4 *г* препарата растворяют в воде при слабом нагревании, фильтруют раствор в мерную колбу вместимостью 1 *л*, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают.

Титр раствора трилона Б (T), выраженный в *г/мл* алюминия, вычисляют по формуле:

$$T = 0{,}0002698 \cdot \frac{1}{K},$$

где:

0,0002698 — теоретический титр 0,01 М раствора трилона Б, выраженный в *г/мл* алюминия;

K — соотношение между растворами трилона Б и хлористого цинка, определяемое следующим образом.

Аликвотную часть раствора контрольного опыта, равную объему анализируемого раствора, помещают в колбу вместимостью 250—300 *мл* и нейтрализуют разбавленной 1 : 1 соляной кислотой до pH 1—2 (до сине-фиолетовой окраски бумаги конго). Раствор доливают водой до 200 *мл*, приливают 10 *мл* раствора трилона Б, 10 *мл* ацетатно-буферного раствора, кипятят 3—4 *мин*, охлаждают в проточной воде, добавляют 1 *мл* раствора ксиленолового оранжевого и оттитровывают избыток трилона Б 0,01 М раствором хлористого цинка до получения фиолетово-красного окрашивания.

Соотношение между растворами трилона Б и хлористого цинка (K) вычисляют по формуле:

$$K = \frac{v_1}{v_2},$$

где:

v_1 — количество раствора трилона Б, взятое для титрования, в *мл*;

v_2 — количество раствора хлористого цинка, израсходованное на титрование раствора трилона Б, в *мл*.

3.3. Проведение анализа

Навеску металлического марганца 1 *г* помещают в стакан вместимостью 300—400 *мл* и накрывают часовым стеклом. Слегка сдвинув часовое стекло, приливают небольшими порциями (во избежание разбрызгивания) 25—30 *мл* разбавленной 1 : 1 азотной кислоты. После окончания бурной реакции содержимое стакана нагревают до окончательного растворения всей навески, добавля-

ют 10 *мл* раствора железоаммонийных квасцов, а затем раствор выпаривают досуха, приоткрыв часовое стекло. Охладив стакан, его накрывают часовым стеклом, осторожно приливают небольшими порциями 20 *мл* концентрированной соляной кислоты и умеренно нагревают до просветления раствора, а затем снова выпаривают раствор на песчаной бане досуха. Обработку соляной кислотой с последующей обработкой досуха повторяют. К сухому остатку приливают 10 *мл* концентрированной соляной кислоты, нагревают до растворения солей, разбавляют небольшим количеством горячей воды и фильтруют раствор через фильтр «белая лента» в стакан вместимостью 300—400 *мл*. Осадок на фильтре промывают несколько раз горячей водой и отбрасывают.

К раствору приливают 30 *мл* раствора хлористого аммония, нейтрализуют раствором аммиака до начала выпадения осадка гидрата окиси железа, который затем осторожно растворяют в разбавленной 1 : 1 соляной кислоте, добавляют раствор уротропина до полного осаждения гидрата окиси железа, раствор алюминия (приблизительно 30 *мл*) и дают выделившемуся осадку отстояться на водяной бане при 70—80°С в течение 10—15 *мин*. После этого осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 5—6 раз горячим раствором азотнокислого аммония и количественно переносят в стакан, в котором велось осаждение. Осадок растворяют в 20 *мл* горячей, разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, кипятят в течение 2—3 *мин*, нейтрализуют раствором едкого натра до слабокислой реакции и нагревают до кипения. Подготовленный таким образом раствор вливают тонкой струей в мерную колбу вместимостью 250 *мл*, содержащую 30 *мл* раствора едкого натра, также нагретого до кипения, и кипятят 2—3 *мин*. Содержимое колбы энергично перемешивают, охлаждают, доливают водой до метки и вновь перемешивают. После отстаивания осадка раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Отбирают пипеткой аликвотную часть анализируемого раствора 100 *мл* (при содержании алюминия от 0,5 до 1%) или 50 *мл* (при содержании алюминия свыше 1 до 2%), помещают в колбу вместимостью 500 *мл*, разбавляют водой до 200 *мл* и нейтрализуют разбавленной соляной кислотой до pH 1—2 (до сине-фиолетовой окраски бумаги конго). К раствору прибавляют 20 *мл* 0,01 М раствора трилона Б, 20 *мл* ацетатно-буферного раствора и кипятят 5 *мин*, затем охлаждают в проточной воде, добавляют 1 *мл* ксиленолового оранжевого и оттитровывают избыток трилона Б 0,01 М раствором хлористого цинка до получения фиолетово-красного окрашивания.

3.4. Подсчет результатов анализа

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

$$X = \frac{T(v - v_1 \cdot K) \cdot 100}{G},$$

где:

T — титр 0,01 М раствора трилона Б, выраженный в *г/мл* алюминия;

v — количество 0,01 М раствора трилона Б, добавленное для связывания алюминия, в *мл*;

v_1 — количество 0,01 М раствора хлористого цинка, израсходованное на титрование избытка трилона Б, в *мл;*

K — соотношение между растворами трилона Б и хлористого цинка;

G — навеска, соответствующая аликвотной части, взятой для титрования, в *г*.

3.4.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Содержание алюминия в %	Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа в абс. %
От 0,5 до 1,0	0,04
Св. 1,0 » 2,0	0,06

Изменение № 1 ГОСТ 16698.10—71 Марганец металлический. Методы определения содержания алюминия

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. Метод определения алюминия**

Metallic manganese and nitrated manganese. Method for the determination of aluminium».

((Продолжение см. стр. 68)

(Продолжение изменения к ГОСТ 16698.10—71)

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения алюминия при массовой доле алюминия в металлическом марганце и металлическом азотированном марганце от 0,02 до 0,07 %.

Метод основан на образовании в ацетатнобуферной среде (pH 4,7) окрашенного в красный цвет внутрикомплексного соединения алюминия с алюминоном. Алюминий вместе с железом отделяют уротропином, затем мешающие определению элементы осаждают едким натром в присутствии борной кислоты».

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

(Продолжение см. стр. 69)

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».

Разделы 2, 3 исключить.

Стандарт дополнить разделом — 4:

«4. Фотометрический метод

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

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

Кислота серная по ГОСТ 14262—78, раствор 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77 и растворы 1:1 и 1:100.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 2 %.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор с массовой долей 20 %.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор с массовой долей 2 %.

Алюминон по ГОСТ 9859—74, раствор; готовят следующим образом: 0,1 г алюминона растворяют в небольшом количестве воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой, перемешивают, оставляют на сутки, раствор хранят не более 10 сут.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 25 %; готовят в присутствии 4 г борной кислоты на 1 дм^3 реактива. Хранят в полиэтиленовой посуде.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрий сернистый (натрий сульфид) по ГОСТ 2053—77, раствор с массовой долей 5 %. Хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Буферный раствор (pH 4,7); готовят следующим образом: к 3 см^3 уксусной кислоты прибавляют 6,8 г уксуснокислого натрия, разбавляют водой до 1 дм^3 и перемешивают.

Уротропин по ГОСТ 1381—73, раствор с массовой долей 30 %.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, раствор; готовят следующим образом: 8,63 г железоаммонийных квасцов растворяют при слабом нагревании в 500 см^3 воды, содержащей 5 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г алюминия растворяют при нагревании в 20 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, приливают 4—5 капель раствора азотной кислоты, кипятят, охлаждают, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 50 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

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

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску металлического марганца или металлического азотированного марганца массой 1 г (при массовой доле алюминия от 0,02 до 0,1 %) или 0,2 г (при массовой доле алюминия свыше 0,1 до 0,7 %) помещают в платиновую или стеклоуглеродистую чашку, приливают 10 см^3 фтористоводородной и 10 см^3 хлорной кислот, растворяют при умеренном нагревании и упаривают до удаления паров хлорной кислоты. Стенки чашки обмывают водой и

(Продолжение см. стр. 70)

выпаривают досуха. В охлажденную чашку приливают 5 см³ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, затем прибавляют 50—60 см³ воды, переводят содержимое чашки в стакан вместимостью 300 см³ и накрывают часовым стеклом. Добавляют 10 см³ раствора железоаммонийных квасцов, затем раствор выпаривают досуха, приоткрыв часовое стекло. Охладив стакан, осторожно приливают небольшими порциями 15—20 см³ соляной кислоты и умеренно нагревают до просветления раствора, затем снова выпаривают досуха, приоткрыв часовое стекло. Обработку соляной кислоты с последующим выпариванием досуха повторяют. К сухому остатку приливают 10 см³ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, приливают от 60 до 80 см³ горячей воды и фильтруют раствор через плотный фильтр с добавлением фильтробумажной массы. Остаток на фильтре промывают 6—8 раз горячим раствором соляной кислоты 1:100, фильтрат (основной раствор) сохраняют.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 600—700 °С. Охладив тигель, прибавляют 3—4 капли раствора серной кислоты, 5—6 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Прибавляют 1 г пиросернокислого калия и сплавляют при температуре 700—800 °С Плав выщелачивают в 100 см³ горячего раствора соляной кислоты 1:1 при слабом нагревании. Затем тигель вынимают из стакана и тщательно обмывают водой. Основной раствор и раствор от выщелачивания плава объединяют, перемешивают и выпаривают до объема 150 см³. К раствору приливают 20 см³ хлористого аммония, нагревают до температуры 70—80 °С, устанавливают pH 2—3 по универсальной индикаторной бумаге, приливают 30 см³ раствора уротропина. Выпавшему осадку гидроокисей дают постоять при температуре 70—80 °С в течение 2—3 мин. После этого осадок фильтруют через фильтр средней плотности, промывают 5—6 раз горячим раствором азотнокислого аммония и количественно переносят в стакан, в котором велось осаждение. Осадок растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1, кипятят в течение 1—2 мин, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до начала выделения гидроокиси железа.

Затем тонкой струей при перемешивании приливают в избыток 30 см³ кипящего раствора гидроокиси натрия. Приливают 1—2 см³ раствора сернистого натрия. Раствор кипятят 2—3 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности, отбросив первые порции фильтрата, собирая его в колбу или стакан из пластмассы или полиэтилена.

4.2.2. Отбирают аликвотную часть раствора 10 см³ в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 20 см³ воды и 1—2 капли раствора фенолфталеина, нейтрализуют несколькими каплями раствора соляной кислоты 1:1 до изменения окраски индикатора, приливают 1 см³ раствора соляной кислоты 1:100, 1—2 см³ раствора аскорбиновой кислоты и оставляют на 3—5 мин. Затем при перемешивании добавляют 20 см³ буферного раствора, 2 см³ раствора алюминона, доводят до метки водой и перемешивают.

Через час измеряют оптическую плотность анализируемого раствора на спектрофотометре при длине волны 530 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 510 до 540 нм. Раствором сравнения служит вода.

После вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора анализируемой пробы находят массу алюминия по градуировочному графику.

4.2.3. Для построения градуировочного графика в семь из восьми конических колб вместимостью по 250 см³ отбирают 0,5; 1,0; 1,5; 2,5; 3,5; 5,0; 6,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,000025; 0,000035; 0,00005; 0,00006 г алюминия. В восьмую колбу стандартный раствор не приливают. Во все колбы приливают по 100 см³ воды, по 10 см³ раствора железоаммонийных квасцов, нагревают до кипения, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до начала выделения гидроокиси железа. Затем тонкой струей при перемешивании приливают в избыток 30 см³ кипящего раствора гидроокиси натрия. Растворы кипятят 2—3 мин, охлаж-

(Продолжение см. стр. 71)

дают, переливают в мерные колбы вместимостью по 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Далее анализ проводят, как указано в п. 4.2.2.

Раствором сравнения служит раствор восьмой колбы, не содержащий стандартного раствора алюминия.

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

4.3. Обработка результатов

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

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

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

(Продолжение см. стр. 72)

(Продолжение изменения к ГОСТ 16698.10—71)

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.3.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,02 до 0,05	0,01
Св. 0,05 » 0,10	0,02
» 0,10 » 0,20	0,03
» 0,20 » 0,50	0,04
» 0,50 » 0,70	0,05

(ИУС № 9 1984 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 16698.10—71 Марганец металлический и марганец металлический азотированный. Метод определения алюминия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.09.89 № 2980

Дата введения 01.05.90

Вводная часть Заменить значение 0,07 на 0 7

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

Пункт 4 1 Исключить ссылку ГОСТ 5850 72

Пункт 4 3 2 изложить в новой редакции «4 3 2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли алюминия приведены в таблице

(Продолжение см. с. 100)

Массовая доля алюминия, %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемые разхождения, %			
		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 δ
От 0,02 до 0,05 включ	0,01	0,01	0,01	0,01	0,004
Св 0,05 » 0,1 »	0,01	0,02	0,01	0,02	0,01
» 0,1 » 0,2 »	0,02	0,03	0,02	0,03	0,01
» 0,2 » 0,5 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,02
» 0,5 » 0,7 »	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03

(ИУС № 1 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru