МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АЛЮМИНИЙ

Метод определения натрия

Aluminium.
Method for determination of sodium

ГОСТ 12697.4—77

Взамен ГОСТ 12700—67 в части разд. 2

МКС 77.120.10
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.09.77 № 2315 дата введения установлена

01.01.79

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт устанавливает метод эмиссионной пламенной фотометрии для определения натрия в алюминии (при массовой доле натрия от 0,001 до 0,05 %).

Метод основан на измерении интенсивности излучения натрия в пламени воздух-ацетилен или воздух-пропан-бутан при λ = 589 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 12697.1—77 и ГОСТ 25086—87.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотометр пламенный для эмиссионных измерений ПЖ1 или аналогичного типа.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88* 2-го класса точности с погрешностью взвешивания 0,0002 г.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77 (концентрация натрия не должна быть более 0,01 мг/дм^3), разбавленная 1:1, 1:5.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Пропан-бутан.

Алюминий марки А999 по ГОСТ 11069—2001 (массовая доля натрия не должна быть более 0,001 %).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Ртуть по ГОСТ 4658—73.

Никель хлористый по ГОСТ 4038—79, раствор с массовой долей 1 %.

Вода дистиллированная (концентрация натрия не должна быть более 0,01 мг/дм^3).

Раствор-фон; раствор 1 готовят следующим образом: стружку алюминия протравливают в течение 10 мин в соляной кислоте, разбавленной 1:5, промывают в дистиллированной воде и высушивают

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в ноябре 1981 г., ноябре 1985 г., мае 1988 г. (ИУС 1—82, 2—86, 8—88).

gost.e-ecolog.ru

при температуре 105—110 °С. Затем берут две навески по 10,00 г в две кварцевые колбы вместимостью 400 см³ с обратным воздушным холодильником, приливают 200 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают на песчаной бане до растворения алюминия (для ускорения растворения алюминия добавляют каплю металлической ртути или 2—3 капли раствора хлористого никеля). Затем содержимое колб переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой, перемешивают и переводят в полиэтиленовую посуду.

Раствор 1 содержит 20 г/дм³ алюминия.

Раствор 2; готовят следующим образом: фоновый раствор 1 разбавляют водой в два раза.

Раствор 2 содержит 10 г/дм³ алюминия.

Растворы натрия стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 2,5420 г хлористого натрия, предварительно прокаленного при 500 °С, растворяют в воде, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг натрия (Na).

Раствор Б; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 10 см³ раствора А, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг натрия (Na).

Градуировочные растворы натрия; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 200 см³ помещают 100 см³ раствора 1, добавляют 10 см³ стандартного раствора Б, доливают до метки водой и перемешивают. Получают градуировочный раствор с массовой долей натрия 0,05 % по отношению к алюминию.

Градуировочные растворы с массовыми долями 0,025, 0,0125, 0,0063, 0,0032 и 0,001 % готовят последовательным разбавлением в два раза предыдущего раствора раствором 2. Для этого в пять сухих колб пипеткой отбирают по 100 см³ раствора 2. В первую колбу той же самой пипеткой отбирают градуировочный раствор с массовой долей натрия 0,05 % и тщательно перемешивают. Получают градуировочный раствор с массовой долей натрия 0,025 %. Отбирая той же пипеткой во вторую колбу 100 см³ раствора с массовой долей натрия 0,025 % и перемешивая с раствором 2, получают градуировочный раствор с массовой долей натрия 0,0125 %. Аналогично готовят остальные растворы. Приготовленные растворы хранят в кварцевой или полиэтиленовой посуде.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Стружку алюминия протравливают соляной кислотой, разбавленной 1:5, промывают дистиллированной водой и высушивают при температуре 105—110 °С.

Навеску алюминия массой 1 г помещают в кварцевую колбу вместимостью 100—200 см³ с обратным воздушным холодильником или в кварцевый стакан вместимостью 100—200 см³, покрытый кварцевым часовым стеклом, добавляют 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают на песчаной бане до полного растворения навески. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. При анализе металла высокой чистоты для ускорения растворения необходимо добавить каплю металлической ртути или 2—3 капли хлористого никеля.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Подготовленные градуировочные растворы и растворы исследуемых проб фотометрируют при длине волны 589 нм. Одновременно фотометрируют раствор 2, который является контрольным опытом для градуировочных растворов, и раствор, полученный одновременно с приготовлением исследуемых образцов из алюминия высокой чистоты, который является контрольным опытом для исследуемых образцов.

После каждого измерения распыляют воду.

3.3. Сначала фотометрируют раствор 2, затем градуировочные растворы, раствор контрольного опыта и исследуемые растворы. Повторяют измерения в обратном порядке. Находят среднее арифметическое интенсивности излучения натрия для каждого раствора. Из полученных таким образом величин вычитают для градуировочных растворов интенсивность излучения раствора 2, а для исследуемых растворов интенсивность излучения раствора контрольного опыта.

3.4. На основании полученных цифровых значений интенсивности излучения и известной массовой доли натрия в градуировочных растворах графическим или математическим методом находят массовую долю натрия в исследуемых образцах.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.5. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля натрия, %	Допускаемое расхождение, %	
	сходимости, отн.	воспроизводимости, отн.
От 0,001 до 0,004 включ.	40	60
Св. 0,004 » 0,01 »	30	45
» 0,01 » 0,03 »	20	30
» 0,03 » 0,05 »	15	25

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

gost.e-ecolog.ru