

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

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 осажденном серноватистоокислым натрием. По интенсивности окраски комплекса находят содержание меди.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотозлектроколориметр 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



291-45
291

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

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

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

Натрий пиррофосфорнокислый 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 серноватистоокислого 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°C 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 пиррофосфорнокислого 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 мкм) 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 прокалывают при 500—600°C 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 пиррофосфорнокислого натрия, 10 мл водного раствора аммиака, 10 мл 0,5%-ного раствора желатинны 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 мкм), а при содержании меди свыше 0,01% — зеленым светофильтром (область светопропускания 480—520 мкм).

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 пиррофосфорнокислого натрия, по 10 мл водного раствора аммиака, по 10 мл 0,5%-ного раствора желатинны 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 мкм) 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-