

НИОТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

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. № 280 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 трилометрический 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 внутрикислотного 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



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 ауриитрикарбоновой 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 сернистый) 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°C 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 слабощелочной 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 мкм) 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 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 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.