

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**МАРГАНЕЦ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ
И МАРГАНЕЦ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ
АЗОТИРОВАННЫЙ**

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

Издание официальное

МАРГАНЕЦ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ И МАРГАНЕЦ
МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ АЗОТИРОВАННЫЙ

Метод определения кальция и магния

Metallic manganese and nitrated metallic manganese.
Method for determination of calcium and magnesiumГОСТ
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 см³/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

С. 2 ГОСТ 16698.12—84

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

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

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).