

Изменение № 2 ГОСТ 741.11—80 Кобальт. Метод определения алюминия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает флотационно-фотометрический метод определения алюминия при массовой доле его от 0,0004 до 0,2 %».

Раздел 2 исключить.

Раздел 3 Наименование. Исключить слова: «(при массовой доле от 0,0005 до 0,2 %)».

Раздел 3 дополнить пунктом— 3.1а (перед п. 3.1): «3.1а. Сущность метода

Метод основан на измерении светопоглощения комплексного соединения алюминия с эриохромцианином-R при длине волны 535 нм после предварительного отделения алюминия флотацией в форме комплексного соединения с эриохромцианином-R».

Пункт 3.1 изложить в новой редакции: «3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

pH-метр.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, растворы 0,2 М и 1 : 4.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—84, раствор 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4207—75, раствор 1 : 1.

Кислота аскорбиновая, раствор 20 г/дм³, используют свежеприготовленный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 18270—72.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и растворы 1 : 1 и 1 : 10.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Натрий азотно-кислый по ГОСТ 4168—79.

Натрий уксусно-кислый по ГОСТ 199—78.

Ацетатный буферный раствор с pH 6,2: 200 г уксусно-кислого натрия порциями по 10—20 г растворяют в 500 см³ воды, приливают 4 см³ уксусной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и фильтруют.

Эриохромцианин-R, раствор 0,75 г/дм³: 0,375 г реактива помещают в кварцевый стакан, добавляют 12,5 г хлористого натрия, 12,5 г азотно-кислого натрия, 1 см³ азотной кислоты и 200 см³ воды.

(Продолжение см. с. 48)

Все тщательно перемешивают и оставляют стоять 12—24 ч. Затем фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят до метки водой.

Раствор используют в течение двух недель.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

Алюминий по ГОСТ 11069—74.

Стандартные растворы алюминия

Раствор А: 0,1000 г алюминия растворяют при температуре 40—60 °С в 10 см³ соляной кислоты, с добавлением 3—4 капль азотной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и переносят в сухую полиэтиленовую емкость.

1 см³ раствора содержит $2 \cdot 10^{-4}$ г алюминия.

Раствор Б: 5,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят до метки водой.

1 см³ раствора содержит $2 \cdot 10^{-6}$ г алюминия.

Раствор готовят перед применением.

Все растворы хранят в полиэтиленовых емкостях».

Пункт 3.2. Третий—шестой абзацы изложить в новой редакции: «В стакан добавляют 0,5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 2 см³ раствора эриохромцианина-*R*, 15 см³ буферного раствора, устанавливают рН $6,0 \pm 0,2$ и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки водой и измеряют светопоглощение раствора при длине волны 535 нм.

Комплекс устойчив в течение 30 мин.

В качестве раствора сравнения используют воду.

Массу алюминия в анализируемом растворе находят по градуировочному графику с поправкой на массу алюминия в растворе контрольного опыта».

Пункты 3.3, 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ приливают шесть капель раствора соляной кислоты 1 : 4 и вводят 0; 0,50; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 см³ стандартного раствора Б, что соответствует (0; 0,001; 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010) · 10⁻³ г алюминия, добавляют 5 см³ воды, 0,5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и далее в соответствии с п. 3.2.

По полученным значениям светопоглощения и соответствующим им массам алюминия строят градуировочный график с поправкой на значение светопоглощения градуировочного раствора, не содержащего алюминия.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (*d*), и результатов двух анали-

(Продолжение см. с. 49)

зов, характеризующие воспроизводимость метода (D), не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,004 до 0,0008 включ.	0,0033	0,0004
Св. 0,0008 » 0,0015 »	0,0005	0,0007
» 0,0015 » 0,003 »	0,001	0,001
» 0,003 » 0,005 »	0,002	0,003
» 0,006 » 0,012 »	0,004	0,004
» 0,012 » 0,030 »	0,008	0,008
» 0,030 » 0,060 »	0,015	0,015
» 0,06 » 0,12 »	0,02	0,02
» 0,12 » 0,20 »	0,03	0,03

(ИУС № 2 1992 г.)