

Изменение № 1 ГОСТ 20996.7—82 Селен технический. Метод определения алюминия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.12.87 № 4687

Дата введения 01.07.88

Наименование стандарта. Заменить слово: «Метод» на «Методы».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «фотокolorиметрический метод» на «фотометрические методы»; заменить значение: 0,005 на 0,002; второй абзац исключить.

Стандарт дополнить разделом — 2а (перед разд. 2):

«2а. Метод с применением алюминона

2а.1. Сущность метода

Метод основан на реакции образования окрашенного соединения ионов алюминия с алюминоном при рН 4,5—4,8 после предварительного отделения селена выпариванием с бромистоводородной кислотой и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 530 нм.

Раздел 2 изложить в новой редакции:

2. Аппаратура, реактивы, растворы

Фотокolorиметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75 и раствор 0,2 моль/дм³.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор 20 г/дм³.

Кислота бензойная техническая по ГОСТ 6413—77.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Алюминон.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78.

Алюминий по ГОСТ 11069—74.

Стандартные растворы алюминия:

Раствор А: навеску алюминия массой 0,1 г растворяют в 10—15 см³ соляной кислоты (1:1), переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг алюминия.

Раствор Б: аликвотную часть 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг алюминия.

Составной алюминоновый буферный раствор: навеску аммония уксуснокислого массой 125 г помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 200—250 см³ воды, 15—20 см³ уксусной кислоты, перемешивают и проверяют значение рН на рН-метре. В отдельной посуде растворяют 0,25 г алюминона в 15 см³ воды и переносят в мерную колбу, в которой готовили уксуснокислый раствор. Также отдельно растворяют 5 г бензойной кислоты в 25 см³ спирта, переносят его в ту же мерную колбу и перемешивают. Смесь разбавляют водой до метки и перемешивают.

В стакан вместимостью 100 см³ помещают 2,5 г желатина, прибавляют 70—80 см³ воды и через час нагревают до растворения желатина. Горячий раствор вливают в стакан со 150 см³ воды и перемешивают. После охлаждения раствор смешивают с уксуснокислым раствором (в мерной колбе) в стакане вместимостью 1000 см³.

Приливают воды до объема 950 см³ и устанавливают рН раствора аммиаком (1:1) в пределах 4,5—4,8 (по индикаторной бумаге или на рН-метре). Раствор перемешивают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, охлаждают,

(Продолжение см. с. 84)

(Продолжение изменения к ГОСТ 20996.7—82)

доливают водой до метки и перемешивают. Фильтруют полученный раствор через двойной плотный фильтр, собирая фильтрат в склянку из темного стекла с притертой пробкой. Прозрачный раствор хранят в темном месте.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2072—77.

Кислота тиогликолевая, 10 %-ный раствор».

Пункт 3.1. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Навеска пробы, г	Мерная колба, см ³	Аликвотная часть, см ³
От 0,002 до 0,005 включ.	1	100	50
Св. 0,005 » 0,02 »	1	100	20
» 0,02 » 0,06 »	0,5	100	10

третий абзац изложить в новой редакции: «К сухому остатку приливают 2—3 см³ соляной кислоты, выпаривают досуха, приливают 2—3 см³ бромистоводородной кислоты и вновь выпаривают досуха. Выпаривание с бромистоводородной кислотой повторяют. Затем к сухому остатку приливают 2—3 см³ соляной кислоты, выпаривают досуха. Выпаривание с соляной кислотой повторяют два раза. Удаление двуокиси селена допускается проводить нагреванием на плите при температуре 280—290 °С, как описано в ГОСТ 20996.4—82»;

четвертый абзац. Заменить слова: «заливают раствором соляной кислоты (1:1) до метки и перемешивают» на «разбавляют водой до метки и перемешивают»;

пятый абзац после слов «аскорбиновую кислоту» дополнить словами: «или 1—2 капли раствора тиогликолевой кислоты»; заменить слова: «1—2 капли» на «1 каплю»;

шестой абзац. Заменить значения: 5—7 мин на «не более 5 мин»; 530 нм на 530—535 нм; 50 мм на «20 или 30 мм»;

восьмой абзац. Заменить слово: «Количества» на «Массу».

Пункт 3.2 после слов «аскорбиновой кислоты» дополнить словами: «или тиогликолевой кислоты».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать величин, приведенных в табл. 2:

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Абсолютные допустимые расхождения, %, результатов	
	параллельных определений	полученных в лабораториях разных предприятий
От 0,002 до 0,005 включ.	0,001	0,002
Св. 0,005 » 0,010 »	0,002	0,004
» 0,010 » 0,030 »	0,004	0,006
» 0,03 » 0,06 »	0,01	0,02

Стандарт дополнить разделом — 5:

(Продолжение см. с. 85)

«5. Метод с применением хромазуrolа**5.1. Сущность метода**

Метод основан на реакции образования окрашенного комплекса ионов алюминия с хромазуrolом при pH 5,7—5,8 в присутствии тиогликолевой кислоты для маскирования ионов железа и меди и последующем измерении оптической плотности при длине волны 545 нм.

5.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр любого типа или спектроколориметр «Спекол».

pH-метр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, растворы 1:1 и 0,1 моль/дм³, приготовленный из стандарт-титра.

Кислота тиогликолевая, 4 %-ный водный раствор (по объему).

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Ацетатный буферный раствор с pH 5,8—6,0: навеску уксуснокислого натрия массой 75 г растворяют в 150 см³ воды, приливают 1,5 см³ уксусной кислоты (плотностью 1,07) и разбавляют водой до объема 250 см³. Контролируют значение pH на pH-метре.

Хромазуrol S, водно-спиртовой раствор 0,02 г/дм³; растворяют 0,2 г хромазуrolа в 30 см³ воды, приливают 25 см³ этилового спирта и разбавляют водой до объема 100 см³. Если раствор мутный, его фильтруют.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, спиртовой раствор 0,01 г/дм³.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор 0,8 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Алюминий первичный по ГОСТ 11069—74.

Стандартные растворы алюминия по п. 2.2.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску селена массой в зависимости от массовой доли алюминия (табл. 3) помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 15—20 см³ азотной кислоты, закрывают стакан покровным стеклом и выдерживают без нагревания до прекращения бурной реакции выделения окислов азота. Стекло снимают, обмывают его водой над стаканом и раствор выпаривают при нагревании досуха.

Таблица 3

Массовая доля алюминия, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, см ³	Аликвотная часть, см ³
От 0,002 до 0,005 включ.	2,0	100	20
Св. 0,005 до 0,01 включ.	2,0	100	10
Св. 0,01 до 0,06 включ.	1,0	100	5

Приливают еще 7—10 см³ азотной кислоты и снова выпаривают досуха.

К сухому остатку приливают 3—5 см³ соляной кислоты, 3—5 см³ бромистоводородной кислоты и выпаривают досуха. Снова приливают по 3—5 см³ соляной и бромистоводородной кислот и выпаривание досуха повторяют. Затем добавляют 5 см³ соляной кислоты, 25—30 см³ воды и нагревают раствор до растворения солей. После охлаждения помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора согласно табл. 3 и помещают ее в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до объема 25 см³. К раствору приливают 1—2 капли фенолфталеина и нейтрализуют раствором гидроокиси калия до появления малинового окрашивания раствора, затем добавляют по каплям раствор соляной кислоты 0,1 моль/дм³ до обесцвечивания

(Продолжение см. с. 86)

и еще 5 см³. Приливают 0,3 см³ раствора тиогликолевой кислоты, перемешивают.

Через 5 мин разбавляют водой до объема 50 см³, добавляют 1 см³ раствора хромазуrolа S, 10 см³ спирта, 5 см³ ацетатного буферного раствора, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Через 15 мин измеряют величину оптической плотности раствора на спектрофотометре или спектроколориметре «Спекол» при длине волны 545 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа и содержащий 1 см³ хромазуrolа.

Массу алюминия определяют по градуировочному графику.

5.3.2. Построение градуировочного графика

В ряд мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,015; 0,020; 0,025; 0,03 мг алюминия. Разбавляют водой до объема 15 см³, прибавляют 1—2 капли фенолфталеина и далее продолжают анализ, как указано в п. 3.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000} ,$$

где m_1 — масса алюминия, найденная по градуировочному графику, мг;

V — вместимость мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески селена, г.

5.4.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать величин, приведенных в табл. 2.

5.4.3. При разногласиях в оценке массовой доли алюминия применяют метод с алюминоном (разд. 2)».

(ИУС № 3 1988 г.)