
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
20996.7—
2014

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ
Методы определения алюминия

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом "Научно-исследовательский и проектный институт обогащения и механической обработки полезных ископаемых "УРАЛМЕХАНОБР" (ОАО «Уралмеханобр»), Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 72-П от 14 ноября 2014 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономразвития Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 02 апреля 2015 г. № 210-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 20996.7—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 20996.7–82

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2015

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы определения алюминия

Selenium technical. Methods of aluminum determination

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы измерений массовой доли алюминия (в диапазоне от 0,002 % до 0,060 %).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:
 ГОСТ 61–75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
 ГОСТ 199–78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия
 ГОСТ 1770–74 (ISO 1042-83, ISO 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
 ГОСТ 2062–77 Реактивы. Кислота бромистоводородная. Технические условия
 ГОСТ 3117–78 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия
 ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
 ГОСТ 3760–79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия
 ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
 ГОСТ 6413–77 Кислота бензойная техническая. Технические условия
 ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия
 ГОСТ 11069–2001 Алюминий первичный. Марки
 ГОСТ 11293–89 Желатин. Технические условия
 ГОСТ 18300–87¹ Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
 ГОСТ 20996.0–2014 Селен технический. Общие требования к методам анализа
 ГОСТ 24104–2001² Весы лабораторные. Общие технические требования
 ГОСТ 24363–80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия
 ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169–91 (ИСО 648–77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
 ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные.

Часть 1. Общие требования

ГОСТ ИСО 5725-6–2003³ Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

¹ На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878–2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

² На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228–2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

³ На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

3 Общие положения

3.1 Общие требования к методам измерений по ГОСТ 20996.0.

4 Характеристики показателей точности измерений

Показатели точности измерений массовой доли алюминия соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли алюминия

В процентах

Диапазон измерений массовой доли алюминия	Показатель точности $\pm \Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости $r (n = 2)$	воспроизводимости R
От 0,002 до 0,005 включ.	0,001	0,001	0,002
Св. 0,005 « 0,010 «	0,003	0,002	0,004
« 0,010 « 0,030 «	0,004	0,004	0,006
« 0,030 « 0,060 «	0,014	0,010	0,020

5 Фотометрический метод измерений массовой доли алюминия с применением алюминона

5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны от 530 до 535 нм;
- плиту нагревательную стеклокерамическую по [1] или аналогичную, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- рН-метр;
- стекло часовое;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2–50–2, 2–100–2, 2–500–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770;
- стаканы Н–2–100 ТХС, Н–2–250 ТХС, Н–2–1000 ТХС по ГОСТ 25336;
- склянки с притертой пробкой;
- воронки В–36–80 ХС по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1;
- кислоту уксусную по ГОСТ 61, раствор молярной концентрации 0,2 моль/дм³;
- кислоту аскорбиновую по [2], свежеприготовленный раствор массовой концентрации 20 г/дм³;
- кислоту бензойную техническую по ГОСТ 6413;
- аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117;
- спирт этиловый по ГОСТ 18300;
- алюминон по [3];
- аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1;
- желатин по ГОСТ 11293;
- алюминий по ГОСТ 11069;
- кислоту бромистоводородную по ГОСТ 2062;
- кислоту тиогликолевую по [4], разбавленную 1:10;
- фильтры обеззоленные по [5] или аналогичные;
- бумагу индикаторную универсальную по [6].

5.2 Сущность метода

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

5.3 Подготовка к выполнению измерений

5.3.1 Приготовление растворов для построения градуировочного графика

При приготовлении раствора А с массовой концентрации алюминия 0,1 мг/см³ навеску алюминия массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают от 10 до 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б с массовой концентрации алюминия 0,01 мг/см³ аликвоту 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

5.3.2 Приготовление алюминонового буферного раствора

Навеску аммония уксуснокислого массой 125 г помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают от 200 до 250 см³ воды и от 15 до 20 см³ уксусной кислоты, перемешивают и измеряют значение pH. В стакан вместимостью 100 см³ помещают навеску алюминонона массой 0,25 г, приливают 15 см³ воды. Раствор переносят в мерную колбу, в которой готовили уксуснокислый раствор. В стакан вместимостью 100 см³ помещают 5 г бензойной кислоты, приливают 25 см³ спирта, переносят в ту же мерную колбу и перемешивают. Смесь доливают водой до метки и перемешивают.

В стакан вместимостью 100 см³ помещают 2,5 г желатина, приливают от 70 до 80 см³ воды и через час нагревают до растворения желатина. Горячий раствор вливают в стакан вместимостью 250 см³, в который предварительно помещают 150 см³ воды и перемешивают. После охлаждения раствор смешивают с уксуснокислым раствором в стакане вместимостью 1000 см³.

Приливают воды до объема 950 см³ и устанавливают pH раствора аммиаком, разбавленным 1:1 в пределах от 4,5 до 4,8 (по индикаторной бумаге или на pH-метре). Раствор перемешивают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. Полученный раствор фильтруют через двойной плотный фильтр, собирая фильтрат в склянку из темного стекла с притертой пробкой. Прозрачный раствор хранят в темном месте.

5.3.3 Построение градуировочного графика

В восемь мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 7,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 и 0,07 мг алюминия приливают воды до 10 см³, прибавляют 1 – 2 капли аскорбиновой кислоты массовой концентрации 20 г/дм³ или тиогликолевой кислоты, разбавленной 1:10. Приливают от 15 до 17 см³ буферного алюминонового раствора, нагревают на водяной бане не более 5 мин до образования «алюминиевого лака». Раствор охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотокориметре (спектрофотометре), применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны от 530 до 535 нм и кювету с толщиной поглощающего слоя от 20 до 30 мм.

По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям алюминия строят градуировочный график.

5.4 Выполнение измерений

Навеску селена массой в соответствии с таблицей 2 в зависимости от массовой доли алюминия помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают от 15 до 30 см³ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и выдерживают без нагревания до прекращения бурной реакции выделения оксидов азота.

Т а б л и ц а 2

Массовая доля алюминия, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, см ³	Объем аликвоты раствора, см ³
От 0,002 до 0,005 включ.	1,0	100	50
Св. 0,005 « 0,02 «	1,0	100	20
« 0,02 « 0,06 «	0,5	100	10

Стекло снимают, обмывают водой над стаканом, и нагревают раствор до растворения навески и выпаривают досуха. Приливают от 8 до 10 см³ азотной кислоты и снова выпаривают досуха. Прили-

вают от 5 до 7 см³ азотной кислоты, выпаривают досуха, выпаривание повторяют два раза.

К сухому остатку приливают от 2 до 3 см³ соляной кислоты, выпаривают досуха, приливают от 2 до 3 см³ бромистоводородной кислоты и вновь выпаривают досуха. Выпаривание с бромистоводородной кислотой повторяют. Затем к сухому остатку приливают от 2 до 3 см³ соляной кислоты, выпаривают досуха. Выпаривание с соляной кислотой повторяют два раза. Удаление диоксида селена допускается проводить нагреванием на плите при температуре от 280 °С до 290 °С.

Затем приливают от 2 до 3 см³ соляной кислоты, от 25 до 30 см³ воды и нагревают до растворения солей. После охлаждения переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Из мерной колбы отбирают аликвоту раствора в соответствии с таблицей 2 и переносят ее в мерную колбу вместимостью 100 см³. К раствору добавляют по капле аскорбиновую кислоту, массовой концентрации 20 г/дм³ или 1 – 2 капли раствора тиогликолевой кислоты, разбавленной 1:10 для восстановления связывания железа в бесцветный комплекс, при этом большой избыток кислоты нежелателен. Если анализируемый раствор бесцветный, то добавляют 1 каплю кислоты.

К раствору в мерной колбе приливают от 15 до 17 см³ буферного алюмоинового раствора, нагревают на водяной бане не более 5 мин до образования «алюминиевого лака». Раствор охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоколориметре (спектрофотометре), применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны от 530 до 535 нм и кювету с толщиной поглощающего слоя от 20 до 30 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор «холостого» опыта.

Массу алюминия в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

6 Фотометрический метод измерений массовой доли алюминия с применением хромазуrolа

6.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 545 нм;
- плиту нагревательную стеклокерамическую по [1] или аналогичную, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- баню водяную;
- рН-метр;
- стекло часовое;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2–100–2, 2–250–2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1–250 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы Кн-2–250–19/26 по ГОСТ 25336.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1 и раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм³, приготовленный из стандарт-титра;
- кислоту уксусную по ГОСТ 61;
- натрий уксуснокислый по ГОСТ 199;
- спирт этиловый по ГОСТ 18300;
- алюминий по ГОСТ 11069;
- кислоту бромистоводородную по ГОСТ 2062;
- кислоту тиогликолевую по [4], разбавленную 4:100;
- калия гидроокись (гидроксид) по ГОСТ 24363, раствор массовой концентрации 0,01 г/дм³;
- фенолфталеин, индикатор по [7], спиртовой раствор массовой концентрации 0,01 г/дм³;
- хромазуrol S, индикатор по [8], водно-спиртовой раствор массовой концентрации 0,02 г/дм³.

6.2 Метод измерений

Метод основан на реакции образования окрашенного соединения ионов алюминия с хромазуrolом при рН от 5,7 до 5,8 в присутствии тиогликолевой кислоты для маскирования ионов железа и ме-

ди, и последующем измерении оптической плотности при длине волны 545 нм.

6.3 Подготовка к выполнению измерений

6.3.1 Приготовление растворов для построения градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят растворы алюминия известной концентрации по 5.3.1.

6.3.2 Построение градуировочных графиков

В семь мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025; 0,030 мг алюминия. Разбавляют водой до объема 15 см³, прибавляют от 1 до 2 капель фенолфталеина и далее поступают как указано в 5.5.3

По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям алюминия строят градуировочный график.

6.3.3 Приготовление ацетатно-буферного раствора с рН 5,8 – 6,0

Навеску уксуснокислого натрия массой 75 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 150 см³ воды, приливают 1,5 см³ уксусной кислоты (плотностью 1,07) и доливают водой до объема 250 см³. Контролируют значение рН на рН-метре.

6.3.4 Приготовление водно-спиртового раствора хромазуrolа S

Для приготовления водно-спиртового раствора хромазуrolа S массовой концентрации 0,02 г/дм³ навеску хромазуrolа S массой 0,2 г помещают в колбу вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ воды и 25 см³ этилового спирта и доливают водой до объема 100 см³. Если раствор мутный, его фильтруют.

6.4 Выполнение измерений

Навеску селена массой в зависимости от массовой доли алюминия в соответствии с таблицей 3 помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают от 15 до 20 см³ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и выдерживают без нагревания до прекращения бурной реакции выделения оксидов азота. Стекло снимают, обмывают его водой над стаканом и раствор выпаривают при нагревании досуха.

Т а б л и ц а 3

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

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

К сухому остатку приливают от 3 до 5 см³ бромистоводородной кислоты и выпаривают досуха. Снова приливают от 3 до 5 см³ соляной и бромистоводородной

кислот и выпаривание досуха повторяют. Затем приливают 5 см³ соляной кислоты, от 25 до 30 см³ воды и нагревают раствор до растворения солей. После охлаждения помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвоту раствора согласно таблице 3 и помещают ее в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до объема 25 см³. К раствору добавляют 1 – 2 капли фенолфталеина и нейтрализуют раствором гидроксида калия до появления малинового окрашивания раствора, затем добавляют по каплям раствор соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³ до обесцвечивания и еще 5 см³. Приливают 0,3 см³ раствора тиогликолевой кислоты, разбавленной 4:100 и перемешивают.

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

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

Массу алюминия в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

7 Обработка результатов измерений

7.1 Массовую долю алюминия X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000}, \quad (1)$$

где m_1 – масса алюминия, найденная по градуировочному графику, мг;
 V – объем раствора в мерной колбе, см³;
 m – масса навески селена, г;
 V_1 – объем аликвоты раствора, см³;
1000 – переводный множитель миллиграммов в граммы.

7.2 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r , приведенных в таблице 1.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1).

7.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднее арифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6.

7.4 При разногласиях в оценке массовой доли алюминия применяют метод измерений с алюминоном.

Библиография

- | | | |
|-----|--|--|
| [1] | Технические условия
ТУ 4389-001-44330709-2008 ¹⁾ | Плита нагревательная стеклокерамическая встраиваемая LOIP LH-304 |
| [2] | Фармакопейная статья
ФС 42-2668-95 | Аскорбиновая кислота фармакопейная |
| [3] | Технические условия
ТУ 6-09-5205-85 | Алюминон |
| [4] | Технические условия
ТУ 6-09-3115-73 | Тиогликолевая кислота, Ч |
| [5] | Технические условия
ТУ 264221-001-05015242-07 ¹⁾ | Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты) |
| [6] | Технические условия
ТУ 6-09-1181-89 | Бумага индикаторная универсальная для определения рН 1-10 и 7-14 |
| [7] | Технические условия
ТУ 6-09-5360-88 | Фенолфталеин |
| [8] | Технические условия
ТУ 6-09-05-1175-82 | Хромазурол S, индикатор, ЧДА |

¹⁾ Действует на территории Российской Федерации.

Ключевые слова: селен технический, измерение массовой доли алюминия, результаты измерений, градуировочный график, средства измерений, показатели точности

Подписано в печать 07.04.2015. Формат 60x84¹/₈.

Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 1192.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru