

Изменение № 2 ГОСТ 25823—83 Марганца двуокись для химических источников тока. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 19.05.92 № 493

Дата введения 01.11.92

Вводная часть. Заменить дату: 1971 г. на 1985 г.:

дополнить абзацем: «Требования настоящего стандарта являются обязательными, кроме пп. 2, 17 таблицы».

Пункт 1.3. Таблица 1. Графу «Наименование показателя» дополнить показателем — 18: «18. Массовая доля титана (Ti), %, не более»;

графу «Высший сорт» для показателя 18 дополнить нормой: 0,005;

графу «Первый сорт» для показателя 18 дополнить нормой: 0,01.

Пункт 4.3.1.1. Седьмой абзац. Заменить слова: «8 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 8 %».

Пункт 4.4.1. Восьмой абзац. Заменить слова: «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 2 %».

Пункт 4.5.1. Пятый абзац. Заменить слова: «10 %-ный водный раствор» на «водный раствор с массовой долей 10 %»;

шестой абзац. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %»;

седьмой абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %»;

Пункт 4.6.1. Седьмой абзац. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %».

Пункт 4.7.1. Шестой абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %»;

седьмой абзац. Заменить слова: «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 2 %».

Пункт 4.13.1. Шестой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 4234—77 на ГОСТ 24363—80;

шестой, седьмой абзацы. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.17, 4.17а, 4.18:

«4.17. Определение массовой доли титана с применением динатриевой соли хромотроповой кислоты

4.17.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Фотоэлектроколориметр, погрешность показания которого по шкале коэффициента пропускания не превышает 1 %.

Электроплитка по ГОСТ 14919—83.

Стакан В-1(2)—100 ТС по ГОСТ 25336—82.

Колбы 1(2)—50—2; 1(2)—100—2; 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 2—2—10; 6(7)—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Воронка В-36—80 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336—82.

Кислота аскорбиновая по Государственной фармакопее (X издание, статья 6), раствор с массовой долей 2 %.

Хромотроповой кислоты динатриевая соль 2-водная по ТУ 6—09—3749—74, раствор с массовой долей 1 %, готовят следующим образом: 1 г динатриевой соли хромотроповой кислоты растворяют в воде, прибавляют 20 см³ раствора

(Продолжение см. с. 102)

аскорбиновой кислоты и разбавляют раствор до объема 100 см³, раствор хранят в темной банке.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75 концентрированная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Ацетатно-буферный раствор, готовят следующим образом: 4 г натрия гидроокиси (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в небольшом количестве воды, прибавляют 34 см³ уксусной кислоты, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 концентрированный.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 концентрированная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 концентрированная и разбавленная 1:4.

Аммоний серноокислый по ГОСТ 3769—78.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Титана диоксид по ТУ 6—09—3811—79, ос. ч.

Раствор А, содержащий 1 мг/см³ титана, готовят по ГОСТ 4212—76, соответственно увеличив навеску, либо следующим образом: 0,167 г двуокиси титана (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака) и 4 г серно-кислого аммония (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака) помещают в стакан, прибавляют 8,8 см³ серной кислоты, перемешивают, накрывают часовым стеклом и осторожно нагревают на плитке с асбестом до полного растворения (в течение 3—5 часов). Раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Раствор Б, содержащий 0,01 мг/см³ титана, готовят соответствующим разбавлением раствора А.

4.17.2. Построение градуировочного графика

В стаканы пипеткой вносят 0,5; 1,0; 2,0; 2,5 см³ раствора Б, что соответствует 0,005; 0,01; 0,02; 0,025 мг титана, прибавляют 20 см³ дистиллированной воды, 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты и нагревают до появления белых паров. Растворы охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью 50 см³, прибавляют 2 см³ раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты, доводят до рН=2 (раствором соляной кислоты 1:4 по индикаторной бумаге), прибавляют 10 см³ ацетатно-буферного раствора, доливают до метки водой и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов по отношению к контрольному раствору, содержащему указанные выше реактивы, кроме стандартного раствора Б, при длине волны $\lambda = 460$ нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс значения массы титана, содержащиеся в стандартных растворах, в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Для построения каждой точки градуировочного графика вычисляют среднее арифметическое значение оптической плотности трех параллельных определений. Градуировочный график должен иметь вид прямой линии.

4.17.3. Проведение анализа

Около 1,5 г двуокиси марганца (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в стакан, прибавляют 30 см³ концентрированной соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения твердых частиц.

Стекло снимают, обмывают водой и выпаривают раствор до влажных солей. Охлаждают, прибавляют 25 см³ воды, перемешивают до растворения осадка и фильтруют через двойной фильтр, обмывая стенки стакана водой, в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

10 см³ полученного раствора вносят пипеткой в стакан, прибавляют 10 см³ воды, 2 см³ аскорбиновой кислоты, нагревают до появления белых паров, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 2 см³ раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты, доводят до рН=2 (раство-

(Продолжение см. с. 103)

ром аммиака или соляной кислоты 1:4 по индикаторной бумаге). Далее поступают, как при построении градуировочного графика.

4.17.4. Обработка результатов

Массовую долю титана (X_{13}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{13} = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000},$$

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

m — масса навески двуокиси марганца, г;

V — объем анализируемого раствора, отобранный для анализа, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,002 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,001$ % при доверительной вероятности $P=0,95$.

4.17а. Определение массовой доли титана с применением диантипирилметана

4.17.1а. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Фотоэлектроколориметр, погрешность показания которого по шкале коэффициента пропускания не превышает 1 %.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

Электроплитка по ГОСТ 14919—83.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 2—2—2; 6—5—2; 6—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Колбы мерные 2—50—2; 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770—74.

Стакан В-1—100 ТС по ГОСТ 25336—82.

Часовое стекло.

Кислота аскорбиновая по Государственной фармакопее (X издание, статья б), раствор с массовой долей 10 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч.д.а., концентрированная, раствор концентрации c (HCl) = 2 моль/дм³ (2 н.).

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., концентрированная.

Диантипирилметан по ТУ 6—09—3835—77, ч.д.а., раствор массовой концентрации 10 г/дм³ в растворе соляной кислоты концентрации c (HCl) = 2 моль/дм³ (2 н.).

Титана диоксид по ТУ 6—09—3811—79, ос.ч.

Аммоний серно-кислый по ГОСТ 3769—78.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, ч.д.а.

Раствор А, содержащий 1 мг/см³ титана, готовят по ГОСТ 4212—76, соответственно увеличив навеску, либо следующим образом: 0,167 г двуокиси титана (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака) и 4 г серно-кислого аммония (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака) помещают в стакан, прибавляют 8,8 см³ серной кислоты, перемешивают, накрывают часовым стеклом и осторожно нагревают на плитке с асбестом до полного растворения (в течение 3—5 ч). Раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Раствор Б, содержащий 0,01 мг/см³ титана, готовят соответствующим разбавлением раствора А.

4.17.2а. Построение градуировочного графика

(Продолжение см. с. 104)

В пять мерных колб вместимостью по 50 см³ вносят пипеткой вместимостью 5 см³ последовательно 1, 2, 3, 4, 5 см³ раствора Б, по 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и оставляют стоять на 3 мин для количественного восстановления железа. В каждую мерную колбу прибавляют по 12 см³ раствора диантипирилметана, доводят до метки раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают. Одновременно готовят раствор сравнения, содержащий указанные выше реактивы, кроме стандартного раствора Б. Через 60 мин измеряют оптическую плотность градуировочных растворов по отношению к раствору сравнения на фотоэлектроколориметре со светофильтром при длине волны $\lambda = 400$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс значения массы титана в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Для построения каждой точки градуировочного графика вычисляют среднее арифметическое значение оптической плотности трех параллельных определений. Градуировочный график должен иметь вид прямой линии.

4.17.3а. Проведение анализа

Навеску массой 1—2 г (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) помещают в стакан, вносят цилиндром 25 см³ концентрированной соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают на электроплитке до полного исчезновения частиц осадка. Стекло снимают, обмывают дистиллированной водой и выпаривают раствор до влажных солей. Остаток растворяют в 20 см³ дистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу на 100 см³. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Отбирают пипеткой 2—5 см³ (в зависимости от содержания титана) раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 10 см³ раствора соляной кислоты концентрации 2 моль/дм³, 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и оставляют стоять 3 мин. Затем прибавляют 12 см³ раствора диантипирилметана и доводят раствор до метки раствором соляной кислоты концентрации 2 моль/дм³, перемешивают. Через 1 ч измеряют оптическую плотность раствора при условиях, указанных в п. 4.17.2а. Раствор сравнения готовят так же, как при построении градуировочного графика.

4.17.4а. Обработка результатов

Массовую долю титана ($X_{\text{т}}\%$) вычисляют по формуле

$$X_{\text{т}} = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000} ,$$

где m_1 — масса титана, найденная по градуировочному графику, мг,

m — масса навески, г;

V — объем анализируемого раствора, отобранный для анализа, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 0,002 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,001$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Примечание. При отсутствии аскорбиновой кислоты в качестве восстановителя железа (III) можно использовать гидроксилamina гидрохлорид. Если аскорбиновая кислота лучше действует как восстановитель в кислой среде ($\text{pH} = 0-1$), то гидроксилamina гидрохлорид восстанавливает железо (III) в течение нескольких минут в слабокислой среде ($\text{pH} = 3-4$).

Допускается применение инструментальных методов определения, обеспечивающих точность определения не ниже арбитражной.

При возникновении разногласий определение массовой доли титана проводят с применением динатриевой соли хромотроповой кислоты.

(Продолжение см. с. 105)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25823—83)

4.18. Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных».

Пункт 5.3. Исключить ссылку: ГОСТ 21929—76.

(ИУС № 8 1992 г.)