



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т
С О Ю З А С С Р

ФЕРРОМОЛИБДЕН

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

ГОСТ 13151.7—82

Издание официальное

БЗ 6—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОМОЛИБДЕН

Методы определения меди

Ferromolybdenum.
Methods for determination of copper

ГОСТ
13151.7—82*

Взамен
ГОСТ 13151.7—77

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 мая 1982 г. № 2119 срок введения установлен

с 01.01.83

Ограничение срока действия снято по протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения меди в ферромolibдене (при массовой доле меди от 0,1 до 3,0 %).
(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 26201—84.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного в коричневый цвет комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия на спектрофотометре при длине волны 453 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 400 до 480 нм. Влияние молибдена устраняют связыванием его в бесцветный комплекс пирофосфорнокислым натрием.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 1 и 1 : 3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³.

Натрий фосфорнокислый пиро по ГОСТ 342—77, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Бумага индикаторная конго.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—89, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³.

Медь металлическая по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание (октябрь 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1987 г., декабре 1994 г. (ИУС 9—87, 3—95)

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 1998

С. 2 ГОСТ 13151.7—82

Раствор А: 0,1 г металлической меди растворяют при нагревании в 10—15 см³ азотной кислоты (1 : 1), добавляют 30 см³ серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до появления паров серной кислоты. Соли растворяют в 100 см³ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация меди в растворе А равна 0,0001 г/см³.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Массовая концентрация меди в растворе Б равна 0,00001 г/см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску ферромолибдена массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ азотной кислоты (1 : 3) и растворяют навеску при умеренном нагревании. После растворения навески приливают 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают до паров серной кислоты. Соли растворяют в 50 см³ воды при нагревании. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

В зависимости от содержания меди в анализируемом растворе отбирают аликвотную часть раствора согласно табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля меди, % | Объем аликвотной части раствора, см ³ | Толщина рабочего слоя в кювете, мм |
|-----------------------|--|------------------------------------|
| От 0,1 до 0,4 | 20 | 30 |
| Св. 0,4 » 0,5 | 20 | 20 |
| » 0,5 » 1,2 | 10 | 20 |
| » 1,2 » 3,0 | 5 | 20 |

Аликвотную часть раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ раствора пиррофосфорнокислого натрия, аммиака до нейтральной реакции по бумаге конго и еще в избыток 2 см³. Приливают 5 см³ раствора желатина, 4 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия. Раствор в колбе разбавляют водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 453 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 400 до 480 нм в кюветах с рабочим слоем, указанным в табл. 1.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

Массовую долю меди находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в восемь мерных колб из девяти вместимостью по 100 см³ вводят 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00002; 0,00004; 0,00008; 0,00012; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030 г меди. В каждую из девяти колб приливают по 20 см³ раствора пиррофосфорнокислого натрия и далее ведут анализ, как указано в п. 2.3.1. Раствор девятой колбы, содержащий все применяемые при построении градуировочного графика реактивы, кроме стандартного раствора, служит для проведения контрольного опыта.

По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам меди строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса меди, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли меди приведены в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля меди, % | Погрешность результатов анализа Δ , % | Допускаемое расхождение, % | | | |
|-----------------------|--|--|-------------------------------------|-------------------------------------|--|
| | | двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях d_k | двух параллельных определений d_2 | трех параллельных определений d_3 | результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ |
| От 0,1 до 0,2 включ. | 0,02 | 0,03 | 0,02 | 0,03 | 0,01 |
| Св. 0,2 » 0,5 » | 0,04 | 0,05 | 0,04 | 0,05 | 0,02 |
| » 0,5 » 1,0 » | 0,05 | 0,06 | 0,05 | 0,06 | 0,03 |
| » 1,0 » 2 » | 0,07 | 0,09 | 0,08 | 0,09 | 0,05 |
| » 2 » 3 » | 0,11 | 0,14 | 0,12 | 0,14 | 0,07 |

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и последующем ее удалении выпариванием с серной кислотой. Измерение атомной абсорбции меди проводят при длине волны 324,75 нм в пламени воздух — ацетилен.

Для сохранения идентичных условий атомизации анализируемых растворов и растворов градуировочного графика в последние вводится железо, а также кислоты в соответствующих количествах.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 3.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Железо карбонильное, не содержащее медь, и раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³: 20 г железа растворяют в 60 см³ соляной кислоты, осторожно по каплям приливают азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора, кипятят раствор до удаления окислов азота, охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³.

Медь металлическая по ГОСТ 859—78.

Стандартный раствор меди: 0,1 г металлической меди растворяют при нагревании в 10—15 см³ азотной кислоты (1 : 1), приливают 30 см³ серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до появления паров серной кислоты. Соли растворяют в 100 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Массовая концентрация меди в растворе равна 0,0002 г/см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску ферромолибдена массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ азотной кислоты (1 : 3) и растворяют навеску при умеренном нагревании. После растворения навески приливают 8 см³ серной кислоты (1 : 1) и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. Соли растворяют в воде, раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. В мерную колбу вместимостью 100 см³, в зависимости от массовой доли меди, отбирают аликвотную часть раствора, к которому приливают раствор железа и серную кислоту согласно табл. 3. Раствор доливают водой до метки и перемешивают. Полученный раствор вводят распылением в пламя горелки и измеряют атомную абсорбцию при длине волны 324,75 нм и строго постоянном давлении воздуха и ацетилена. Одновременно с проведением анализа, в тех же условиях, проводят контрольный опыт, добавляя на каждый процент содержания железа в пробе по 0,002 г железа.

Таблица 3

| Массовая доля меди, % | Объем аликвотной части раствора, см ³ | Объем раствора железа, см ³ | Объем разбавленной серной кислоты, см ³ |
|-----------------------|--|--|--|
| От 0,10 до 0,50 | Весь раствор | — | — |
| Св. 0,50 » 1,50 | 20 | 3,2 | 6,4 |
| » 1,50 » 3,0 | 10 | 3,6 | 7,2 |

С. 4 ГОСТ 13151.7—82

3.3.2. Для построения градуировочного графика в пять стаканов из шести вместимостью по 250 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,0010 г меди. Раствор шестого стакана служит для проведения контрольного опыта. В каждый из шести стаканов приливают по 4,0 см³ раствора железа и по 8,0 см³ серной кислоты (1 : 1), доливают до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию меди в растворе, как указано в п. 3.3.1. По найденным значениям абсорбции растворов для соответствующих количеств меди, за вычетом значений абсорбции раствора контрольного опыта, строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю меди (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C — концентрация меди в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — общий объем раствора, см³;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли меди приведены в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 20.11.97. Подписано в печать 15.12.97. Усл. п. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,45.
Тираж 156 экз. С/Д 2745. Зак. 621.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102