ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ФЕРРОМОЛИБДЕН

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

ГОСТ 13151.7—82

Издание официальное

Б3 6—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15'28—198 : 543.06 : 006.354 Группа В19

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 ферромолибдене (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/дм^3.

Натрий фосфорнокислый пиро по ГОСТ 342—77, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

Бумага индикаторная конго.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—89, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм^3.

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

Раствор А: 0,1 г металлической меди растворяют при нагревании в 10—15 $см^3$ азотной кислоты (1 : 1), добавляют 30 $см^3$ серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до появления паров серной кислоты. Соли растворяют в 100 $см^3$ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация меди в растворе А равна 0,0001 г/$см^3$.

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают. Массовая концентрация меди в растворе Б равна 0,00001 г/$см^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску ферромолибдена массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, приливают 20 $см^3$ азотной кислоты (1 : 3) и растворяют навеску при умеренном нагревании. После растворения навески приливают 10 $см^3$ 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 $см^3$ воды при нагревании. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, 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 $см^3$, приливают 20 $см^3$ раствора пирофосфорнокислого натрия, аммиака до нейтральной реакции по бумаге конго и еще в избыток 2 $см^3$. Приливают 5 $см^3$ раствора желатина, 4 $см^3$ 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 $см^3$ вводят 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 $см^3$ 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 $см^3$ раствора пирофосфорнокислого 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_4	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/дм^3: 20 г железа растворяют в 60 см^3 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 дм^3.

Медь металлическая по ГОСТ 859—78.

Стандартный раствор меди: 0,1 г металлической меди растворяют при нагревании в 10—15 см^3 азотной кислоты (1 : 1), приливают 30 см^3 серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до появления паров серной кислоты. Соли растворяют в 100 см^3 воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Массовая концентрация меди в растворе равна 0,0002 г/см^3.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску ферромолибдена массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 азотной кислоты (1 : 3) и растворяют навеску при умеренном нагревании. После растворения навески приливают 8 см^3 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 см^3. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. В мерную колбу вместимостью 100 см^3, 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

3.3.2. Для построения градуировочного графика в пять стаканов из шести вместимостью по 250 см^3 помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 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 см^3 раствора железа и по 8,0 см^3 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

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

где C — концентрация меди в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — общий объем раствора, см^3;

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. печ. 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

gost.e-ecolog.ru