УДК 669.26.546.56.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 13020.14—85

(СТ СЭВ 4509—84)

Взамен ГОСТ 13020.14—75

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

Методы определения меди

Metallic chrome.
Methods for determination of copper

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1412 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения меди в металлическом хроме (при массовой доле меди от 0,002 до 0,06 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4509—84.

281-95
10

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде стружки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916—79.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного в коричневый цвет комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом свинца в хлороформе на спектрофотометре при длине волны 435 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 400 до 480 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 14262—78 или по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1, 1:4.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—78 или по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота уксусная по ГОСТ 18270—72 или по ГОСТ 61—75, 10 %-ный раствор.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 20 %-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 24147—80 или по ГОСТ 3760—79.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор молярной концентрацией 0,05 моль/дм³.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67.

Хлороформ (трихлорметан).

Свинца диэтилдитиокарбамат, раствор в хлороформе: 0,2 г уксуснокислого свинца растворяют в 50 см³ воды в присутствии 10 см³ раствора уксусной кислоты. К перемещанному раствору прибавляют 0,25 г диэтилдитиокарбамата натрия, растворенного в 50 см³ воды. Выпавший белый осадок экстрагируют с 500 см³ хлороформа. Раствор встряхивают с водой и после разделения слоев фильтруют через сухой фильтр. Раствор диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе доливают до объема 2 дм³ хлороформом и сохраняют в склянке из темного стекла.

Медь металлическая.

Стандартные растворы меди:

раствор А: 0,1000 г меди растворяют при нагревании в 10—15 см³ разбавленной азотной кислоты, добавляют 30 см³ серной кислоты (1:4) 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 до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

Массовая концентрация меди в растворе Б равна 0,00001 г/см³.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой, установленной в зависимости от содержания меди по табл. 1, помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ серной кислоты (1:1), нагревают до растворения, приливают 0,5 см³ азотной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. Затем раствор охлаждают, обмывают стенки стакана водой и снова выпаривают до появления паров серной кислоты. После этого раствор охлаждают, приливают 20—25 см³ воды и выпаривают до 8—10 см³. Соли растворяют, нагревая, в 30 см³ воды, раствор охлаждают и переносят в делитель-

ную воронку вместимостью 150 см³, приливают 5 см³ раствора лимонной кислоты, 5 см³ раствора трилона Б, аммиак до нейтральной реакции по лакмусовой бумаге и еще 2 см³ в избыток, затем 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца. Делительную воронку встряхивают в течение 2 мин. После отстаивания окрашенный слой раствора сливают в мерную колбу вместимостью 25 см³.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Масса навески хрома, г
От 0,002 до 0,005 включ.	0,5
Св. 0,005 » 0,01 »	0,2
» 0,01 » 0,06 »	0,1

Экстракцию 5 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца повторяют дважды, собирая органический слой в ту же колбу. Объем объединенных экстрактов доводят до метки хлороформом и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 435 нм или на фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 400 до 480 нм.

Раствор при наполнении кювет пропускают через сухой фильтр. В качестве раствора сравнения применяют хлороформ.

Оптическую плотность следует измерять непосредственно после экстракции по истечении не более 10 мин.

Массу меди находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы или методом сравнения по стандартным образцам металлического хрома, близким по составу к анализируемому металлическому хрому и проведенным через все стадии анализа.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В пять из шести стаканов вместимостью по 250 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 и 6,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,00004 и 0,00006 г меди.

Во все стаканы приливают по 20 см³ серной кислоты (1:4) и далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1. Раствор шестого стакана, не содержащий стандартного раствора Б, служит для проведения контрольного опыта на содержание меди в реактивах. По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям меди строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю меди (X) в процентах, определенную по градуировочному графику, вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески, г.

2.4.2. Массовую долю меди (X_1) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C(D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где C — массовая доля меди в стандартном образце, %;

D — оптическая плотность анализируемого раствора металлического хрома.

D_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта;

D_1 — оптическая плотность раствора стандартного образца.

2.4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,005 включ.	0,002
Св. 0,005 » 0,01 »	0,003
» 0,01 » 0,02 »	0,004
» 0,02 » 0,04 »	0,005
» 0,04 » 0,06 »	0,006

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции меди в пламени воздух—ацетилен при длине волны 324,8 нм с предварительным растворением пробы в смеси соляной и азотной кислот.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Баллон с ацетиленом.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77 или по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—78 или по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Хром электролитический.

Лантан хлористый, раствор, содержащий 0,02 г лантана в 1 см³: 53,46 г хлористого лантана растворяют при нагревании в

100 см³ воды, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Медь металлическая.

Стандартные растворы меди:

раствор А: 0,1000 г меди растворяют, нагревая, в 10 см³ разбавленной азотной кислоты. Раствор выпаривают до малого объема, приливают 10 см³ соляной кислоты и выпаривают до влажных солей. Соли растворяют, нагревая, в 10 см³ соляной кислоты и 20 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, 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. Раствор готовят перед применением.

Массовая концентрация меди в растворе Б равна 0,00001 г/см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 1,0 г помещают в колбу вместимостью 250 см³ и приливают 40 см³ разбавленной соляной кислоты. После растворения навески раствор окисляют 2—3 см³ азотной кислоты и выпаривают до влажных солей. Соли растворяют, нагревая, в 3 см³ соляной кислоты и 20 см³ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора лантана, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

3.3.2. Раствор контрольного опыта готовят согласно п. 3.3.1 с добавлением 1 г электролитического хрома.

3.3.3. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи колб вместимостью по 250 см³ помещают стандартные растворы меди, соответствующие указанным в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля меди, %	Стандартный раствор	Объем стандартного раствора, см³
От 0,002 до 0,01	Б	1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0
Св. 0,01 » 0,06	А	1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0

В седьмую колбу стандартный раствор меди не помещают. Во все семь колб добавляют по 1 г электролитического хрома, по 40 см³ разбавленной соляной кислоты и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

3.3.4. Атомную абсорбцию меди измеряют параллельно в растворе пробы, контрольного опыта, в растворах для построения градуировочного графика и растворе стандартного образца при длине волны 324,8 нм в пламени воздух—ацетилен.

Градуировочный график строят по результатам, полученным после вычитания значения абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор меди, из значений абсорбции растворов, содержащих стандартный раствор, и соответствующему им содержанию меди.

После вычитания значения атомной абсорбции раствора контрольного опыта из значения атомной абсорбции раствора пробы находят концентрацию меди в растворе пробы по градуировочному графику или методом сравнения по стандартному образцу металлического хрома, близкому по составу к анализируемой пробе и проведенному через весь ход анализа.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю меди (X) в процентах, определенную методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot V}{m} \cdot 100,$$

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

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески, г.

3.4.2. Массовую долю меди (X_1) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C(D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где C — массовая доля меди в стандартном образце, %;

D_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта;

D — оптическая плотность анализируемого раствора металлического хрома;

D_1 — оптическая плотность раствора стандартного образца.

3.4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

gost.e-ecolog.ru