Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКИСИ

Методы определения железа и меди

ГОСТ 23862.24—79

Rare-earth metals and their oxides.
Methods of determination of iron and copper

МКС 77.120.99
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 дата введения установлена

01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения железа и меди (при массовой доле от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $5 \cdot 10^{-2}$ %) в редкоземельных металлах и их окисях; экстракционно-фотометрический метод определения меди (при массовой доле от $5 \cdot 10^{-6}$ % до $5 \cdot 10^{-3}$ %) в лантане и его окиси; фотометрический метод определения железа (при массовой доле от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %) в лантане, иттрии и их окисях; фотометрический метод определения железа (при массовой доле от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %) в редкоземельных металлах и их окисях (кроме церия и его двуокиси).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 23862.0—79.

ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА И МЕДИ В РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛАХ И ИХ ОКИСЯХ

Метод основан на экстракционном концентрировании и разделении примесей железа и меди с последующим фотометрическим определением железа в виде роданида, меди в виде диэтилдитиокарбамата.

Массовые доли железа и меди находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.
Плитка электрическая.
Аппарат кварцевый для перегонки.
Цилиндры мерные вместимостью 5, 10 и 25 $см^3$.
Колбы мерные вместимостью 100, 500 и 1000 $см^3$.
Воронки делительные вместимостью 50 и 75 $см^3$.
Колбы конические вместимостью 50 $см^3$.
Пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1985 г., мае 1990 г. (ИУС 7—85, 8—90).

gost.e-ecolog.ru

Стаканы стеклянные химические вместимостью 75 см³.

Стекла часовые диаметром 30 мм.

Чашки кварцевые вместимостью 40 см³.

Амиловый эфир уксусной кислоты (амилацетат), ч.

Хлороформ серии 490671, медицинский.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ос. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, ос. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, ос.ч. 20—4, плотностью 1,19 г/см³ и разбавленная 4 : 1.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, плотностью 1,4 г/см³, перегнанная в кварцевом аппарате.

Порошок железный по ГОСТ 9849—86.

Порошок медный электролитический по ГОСТ 4960—75.

Алюминий хлористый по ГОСТ 3759—75, ч. д. а.

Пероксид водорода по ГОСТ 10929—76, ос. ч., 30%-ный раствор.

Аммоний роданистый, х. ч. без железа или х. ч. дополнительно очищенный раствор с концентрацией 600 г/дм³: 200 г роданистого аммония растворяют в 100 см³ воды, добавляют 50 мг хлористого алюминия, несколько капель аммиака (до выпадения гидратов), перемешивают и дают осадку отстояться в течение 2—3 ч. Раствор отфильтровывают через фильтр с синей лентой, отбрасывая первую порцию фильтрата, после чего упаривают до такого состояния, чтобы капля, нанесенная на часовое стекло, застыла. Затем раствор охлаждают, фильтруют и сушат кристаллы при температуре 30—40 °С.

Свинца диэтилдитиокарбаминат, ч., раствор с концентрацией 1,2 г/дм³ в хлороформе.

Вода бидистиллят или деионизованная.

Стандартный раствор железа (запасной), содержащий 0,1 мг/см³ железа: навеску железного порошка массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ концентрированной соляной кислоты и 1 см³ азотной кислоты и нагревают до полного растворения навески. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и разбавляют водой до метки.

Раствор железа, содержащий 0,01 мг/см³ железа, готовят разбавлением стандартного раствора железа водой в 10 раз.

Стандартный раствор меди (запасной), содержащий 0,1 мг/см³ меди: навеску медного порошка массой 0,05 г помещают в стакан вместимостью 50 см³ и добавляют 5 см³ концентрированной азотной кислоты. После полного растворения меди раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят водой до метки.

Раствор меди, содержащий 0,01 мг/см³ меди, готовят разбавлением исходного стандартного (запасного) раствора меди водой в 10 раз.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Растворение пробы

Навеску анализируемой пробы массой 0,05—2 г (в зависимости от предполагаемого содержания железа и меди) помещают в коническую колбу, приливают 0,1 см³ пероксида водорода, 10 см³ соляной кислоты (4 : 1), накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании.

Навеску двуокиси церия массой 0,1—2 г (в зависимости от содержания железа и меди) помещают в кварцевую чашку, смачивают 0,5 см³ воды, приливают 5 см³ концентрированной азотной кислоты, 7 см³ пероксида водорода, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор упаривают до сиропообразного состояния; приливают три раза по 10 см³ соляной кислоты (4 : 1) и упаривают до сиропообразного состояния.

Затем к полученным растворам приливают по 2—3 капли аммиака и кипятят растворы для разрушения пероксида водорода. Растворы охлаждают до комнатной температуры и добавляют по 10 см³ концентрированной соляной кислоты.

3.2. Определение железа

Раствор пробы переносят в делительную воронку вместимостью 50 см³, приливают 10 см³ амилацетата и встряхивают воронку в течение 0,5 мин. После расслаивания (нижний) водный слой переносят в чистый стакан и оставляют для определения меди (раствор 1).

Органический слой (экстракт железа) дважды промывают соляной кислотой, разбавленной 4 : 1, порциями по 5 см^3, промывные растворы отбрасывают. Затем к экстракту железа добавляют 9 см^3 воды и реэкстрагируют железо, встряхивая растворы в делительной воронке в течение 0,5 мин. Водный слой (нижний) переносят в кювету для фотометрирования (l = 50 мм), добавляют 12 см^3 ацетона, 1,5 см^3 раствора роданистого аммония и перемешивают стеклянной палочкой. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре (λ_{max} = 490 нм). В качестве раствора сравнения применяют воду. Одновременно проводят контрольный опыт через все стадии анализа и вводят на него поправку. Массовую долю железа в пробе определяют по градуировочному графику.

3.3. Определение меди

Раствор 1 разбавляют равным объемом воды, переносят в делительную воронку вместимостью 75 см^3, добавляют 13 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе и встряхивают воронку в течение 1 мин. После расслаивания органический слой (нижний) переносят в сухую кювету для фотометрирования (l = 30 мм) и измеряют оптическую плотность раствора по сравнению с хлороформом на фотоэлектроколориметре (λ_{max} ≈ 440 нм). Одновременно проводят контрольный опыт через все стадии анализа и вводят поправку. Массовую долю меди в пробе определяют по градуировочному графику.

3.4. Построение градуировочного графика

В делительную воронку вместимостью 50 см^3 вводят по 20 см^3 соляной кислоты (4 : 1) и по 0,1; 0,2; 0,5; 0,7; 1,0 см^3 растворов железа и меди, что соответствует 1, 2, 5, 7, 10 мкг каждого из элементов. Далее анализ проводят по пп. 3.2 и 3.3. Строят градуировочные графики зависимости оптической плотности от массы железа и меди.

Отдельные точки градуировочного графика проверяют одновременно с проведением анализа проб не реже одного раза в месяц.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю железа или меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 10^{-4},$$

где m_1 — масса железа или меди, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, проведенных из отдельных навесок.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений или результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля железа или меди, %	Допускаемое расхождение, %	Массовая доля железа или меди, %	Допускаемое расхождение, %
$5 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$
$1 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-3}$
$5 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$
$1 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-4}$		

4а. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ В ЛАНТАНЕ И ЕГО ОКИСИ

Метод основан на экстракционном концентрировании меди в виде диэтилдитиокарбамината с последующим его спектрофотометрическим определением.

4а.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр фирмы «Пай Юникум» модель SP 8—100 или аналогичный прибор.

Аппарат кварцевый для перегонки.

Плита электрическая.

Цилиндры мерные вместимостью 10 и 25 см^3.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 500 и 1000 см³.

Воронки делительные вместимостью 50 и 75 см³.

Колбы конические вместимостью 50 см³.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10 см³.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 75 см³.

Стекла часовые диаметром 30 мм.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, ос. ч. 20—4, плотностью 1,19 г/см³ и разбавленная 4 : 1 и 1 : 1.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, плотностью 1,4 г/см³, перегнанная в кварцевом аппарате.

Хлороформ медицинский.

Свинца диэтилдитиокарбаминат, ч., раствор с концентрацией 1,2 г/дм³ в хлороформе.

Порошок медный электролитический по ГОСТ 4960—75.

Раствор меди (запасной), содержащий 0,1 мг/см³ меди: навеску медного порошка массой 0,05 г помещают в стакан вместимостью 50 см³ и приливают 5 см³ концентрированной азотной кислоты. После полного растворения меди раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят водой до метки.

Раствор меди рабочий, содержащий 0,001 мг/см³ меди, готовят разбавлением исходного (запасного) раствора меди водой в 100 раз. Раствор готовят в день употребления.

4а.2. Проведение анализа

4а.2.1. Навеску лантана или его окиси 0,5—3 г (в зависимости от предполагаемого содержания меди) помещают в коническую колбу, приливают 15 см³ соляной кислоты (4 : 1), накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании.

Раствор охлаждают до комнатной температуры и добавляют 20 см³ соляной кислоты (1 : 1).

Раствор переносят в делительную воронку, добавляют 13 см³ диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе и встряхивают воронку в течение 1 мин. После расслаивания органический слой (нижний) переносят в сухую кювету для фотометрирования (l = 40 мм) и измеряют оптическую плотность раствора по сравнению с хлороформом на спектрофотометре (λ_{max} = 435). Одновременно проводят контрольный опыт через все стадии анализа и вводят поправку. Массовую долю меди в пробе определяют по градуировочному графику.

4а.2.2. Для построения градуировочного графика в делительные воронки вместимостью 50 см³ вводят по 20 см³ соляной кислоты (4 : 1) и 0,15; 0,3; 0,5; 0,7; 1,0 см³ рабочего раствора меди, что соответствует 0,15, 0,3, 0,5, 0,7 и 1 мкг меди. Добавляют по 13 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе и встряхивают воронки в течение 1 мин. После расслоения органический слой (нижний) из первой воронки переносят в сухую кювету для фотометрирования (l = 40 мм) и измеряют оптическую плотность раствора по сравнению с хлороформом на спектрофотометре (λ_{max} ≈ 435 нм). Затем так же измеряют оптическую плотность органического слоя из второй и всех последующих воронок и строят градуировочный график зависимости оптической плотности от массы меди.

Отдельные точки градуировочного графика проверяют одновременно с проведением анализа проб не реже одного раза в месяц.

4а.3. Обработка результатов

Массовую долю меди (X_{Cu}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Cu} = \frac{m_1}{m_2} \cdot 10^{-4},$$

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

m_2 — масса анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, проведенных из отдельных навесок.

Расхождения результатов двух параллельных определений или результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1а.

Таблица 1а

Массовая доля меди, %	Допускаемое расхождение, %	Массовая доля меди, %	Допускаемое расхождение, %
$5 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$
$1 \cdot 10^{-5}$	$6 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-4}$
$5 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$
$1 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-5}$		

Разд. 4а. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА В ЛАНТАНЕ, ИТТРИИ И ИХ ОКИСЯХ

Метод основан на образовании окрашенного комплекса железа с *о*-фенантролином и измерении его оптической плотности.

5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические АДВ-200 или аналогичные.

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56-М или аналогичный прибор.

Ареометр со шкалой 1,25—1,30 г/см^3.

Плита электрическая.

Кварцевый перегонный аппарат.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 100, 150, 1000 см^3.

Колбы мерные вместимостью 50, 1000 см^3.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10 см^3.

Бумага индикаторная «конго».

о-фенантролин, ч., раствор с концентрацией 2 г/дм^3.

Вода бидистиллированная.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, ос.ч. 20—4, плотностью 1,19 г/см^3 и разбавленная 1 : 1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, перегнанный.

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, ч. д. а. (перекристаллизованный), раствор с концентрацией 100 г/дм^3.

Перекристаллизацию гидроксиламина гидрохлорида проводят следующим образом: готовят при нагревании насыщенный водный раствор, к раствору добавляют двойной объем спирта. Выпавшие кристаллы отфильтровывают отсасыванием маточного раствора на вакуум-фильтре, затем сушат между беззольными фильтратами на воздухе и помещают в склянку с притертой пробкой.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78, х. ч., перекристаллизованный, водный раствор с концентрацией 100 г/дм^3. Перекристаллизацию проводят следующим образом: растворяют 500 г соли в 350 см^3 горячей воды и горячий раствор фильтруют через бумажный фильтр, предварительно промытый перегнанным этиловым спиртом. Фильтрат упаривают на водяной бане при температуре 65—70 °С до плотности 1,27—1,28 г/см^3 (контроль с помощью ареометра), охлаждают до температуры 20 °С. Выделившиеся кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, промывают небольшим количеством воды и сушат при комнатной температуре.

Порошок железный по ГОСТ 9849—86.

Стандартный раствор железа (запасной), содержащий 1 мг/см^3 железа: навеску железного порошка массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 2—3 см^3 дистиллированной воды и 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Растворение проводят при медленном нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор железа, содержащий 0,01 мг/см^3 железа: 1 см^3 запасного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.2. Проведение анализа

5.2.1. Навеску пробы массой 0,5—5 г в зависимости от содержания железа помещают в стакан вместимостью 150 см^3, приливают 10—20 см^3 соляной кислоты (1 : 1) и нагревают до растворения пробы. Раствор упаривают до влажных солей.

Соли растворяют в 10—15 см³ воды и раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³. Приливают 2 см³ раствора гидроксиламина, а через 10 мин раствор уксуснокислого натрия до перехода цвета индикаторной бумаги от синей до розовой. Затем приливают 2 см³ натрия уксуснокислого, 5 см³ раствора *о*-фенантролина, доливают до метки водой, тщательно перемешивают и через 45 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 440 нм в кювете с длиной оптического пути 50 мм.

Одновременно через все стадии анализа проводят два параллельных контрольных опыта на чистоту реактивов. Среднее значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из оптической плотности растворов сравнения. В качестве раствора сравнения применяют воду.

5.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают по 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0 см³ раствора железа, содержащего 0,01 мг/см³ железа, 10—15 см³ дистиллированной воды, и далее поступают как указано в п. 5.2.1, начиная со слов: «Приливают 2 см³ раствора гидроксиламина». После прибавления каждого реактива содержимое колбы необходимо перемешивать. По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам железа строят градуировочный график.

5.3. Обработка результатов

5.3.1. Массовую долю железа (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m — масса навески анализируемой пробы, г;

m_1 — масса железа в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мг.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, проведенных из отдельных навесок.

5.3.2. Расхождения результатов двух параллельных определений или результатов анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение, %	Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение, %
$5 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-1}$	$0{,}35 \cdot 10^{-1}$
$1 \cdot 10^{-4}$	$0{,}55 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$0{,}25 \cdot 10^{-2}$

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

5а. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА В РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛАХ И ИХ ОКИСЯХ (КРОМЕ ЦЕРИЯ И ЕГО ДВУОКИСИ)

Метод основан на образовании окрашенного комплекса железа и с *о*-фенантролином и измерении его оптической плотности.

5а.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр фирмы Пай Юникум модели SP 8—100 или аналогичный прибор.

Весы аналитические.

Ареометр со шкалой 1,25—1,30 г/см³.

Аппарат кварцевый для перегонки.

Плита электрическая.

Колбы мерные вместимостью 50 и 1000 см³.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10 см³.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 100, 150 и 1000 см³.

Бумага индикаторная «Конго».

о-фенантролин, ч., раствор с концентрацией 2 г/дм³.

Вода бидистиллированная.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, ос.ч. 20—4, плотностью 1,19 г/см³ и разбавленная 1 : 1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, перегнанный.

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, ч. д. а. (перекристаллизованный), раствор с концентрацией 100 г/дм^3 (приготовление раствора по ГОСТ 23862.24—79, разд. 5).

Натрий уксуснокислый трехводный по ГОСТ 199—78, х. ч., раствор с концентрацией 100 г/дм^3 готовят по ГОСТ 23862.24—79, разд. 5.

Порошок железный по ГОСТ 9849—86 (приготовление стандартных растворов железа — по ГОСТ 23862.24—79, разд. 5).

5а.2. Проведение анализа

5а.2.1. Навеску пробы массой 0,5—5 г в зависимости от массовой доли железа помещают в стакан вместимостью 150 см^3, приливают 10—20 см^3 соляной кислоты (1 : 1) и нагревают до растворения пробы. Раствор упаривают до влажных солей.

Соли растворяют в 10—15 см^3 воды и раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3.

Приливают 2 см^3 раствора гидроксиламина и через 10 мин раствор уксуснокислого натрия до перехода цвета индикаторной бумаги от синей до розовой. Затем приливают 2 см^3 раствора натрия уксуснокислого, 5 см^3 раствора *о*-фенантролина, доливают до метки водой, тщательно перемешивают и через 45 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 510 нм в кювете с длиной оптического пути 40 мм. Измерение оптической плотности раствора проводят по сравнению с окрашенным раствором, полученным при растворении навески. Одновременно через все стадии анализа проводят два параллельных контрольных опыта на чистоту реактивов. В качестве раствора сравнения в этом случае применяют дистиллированную воду.

5а.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см^3 помещают по 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0 см^3 раствора железа, содержащего 0,01 мг/см^3 железа, 10—15 см^3 дистиллированной воды. Приливают 2 см^3 раствора гидроксиламина и через 10 мин раствор уксуснокислого натрия до перехода цвета индикаторной бумаги от синей до розовой. Затем приливают 2 см^3 раствора натрия уксуснокислого, 5 см^3 раствора *о*-фенантролина, доливают до метки водой, тщательно перемешивают и через 45 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 510 нм в кювете с длиной оптического пути 40 мм.

В качестве раствора сравнения в этом случае применяют дистиллированную воду. По полученным значениям оптических плотностей строят градуировочный график.

5а.3. Обработка результатов

5а.3.1. Массовую долю железа (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса железа в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мг;

m_0 — масса железа в растворе контрольного опыта, мг;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, проведенных из отдельных навесок.

5а.3.2. Расхождение результатов двух параллельных определений или результатов анализов не должно превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2а.

Таблица 2а

Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение, %
$1 \cdot 10^{-4}$	$0{,}6 \cdot 10^{-4}$
$1 \cdot 10^{-3}$	$0{,}4 \cdot 10^{-3}$
$1 \cdot 10^{-2}$	$0{,}3 \cdot 10^{-2}$

Разд. 5а. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

6. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА В ЛАНТАНЕ, ГАДОЛИНИИ, ТЕРБИИ, ДИСПРОЗИИ, ГОЛЬМИИ, ТУЛИИ, ИТТЕРБИИ, ЛЮТЕЦИИ, ИТРИИ И ИХ ОКИСЯХ

Метод основан на образовании окрашенного комплекса железа с роданид-ионом в азотнокислой среде и измерении его оптической плотности.

6.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный.

Плита электрическая.

Стаканы химические вместимостью 50, 250 $см^3$.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200 $см^3$.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., разбавленная 1 : 1.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—75, х. ч., раствор с концентрацией 500 $г/дм^3$.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78, разбавленная 1 : 5.

Порошок железный по ГОСТ 9849—86.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, освобожденная от окислов азота кипячением до обесцвечивания и разбавленная 1 : 1.

Стандартный раствор железа (запасной), содержащий 1 $мг/см^3$ железа: навеску железного порошка массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, приливают 2—3 $см^3$ дистиллированной воды и 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Растворение проводят при медленном нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор железа, содержащий 0,01 $мг/см^3$ железа: 1 $см^3$ запасного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 10—15 капель серной кислоты, разбавленной 1 : 5, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

6.2. Проведение анализа

6.2.1. Навеску металла или окиси РЗЭ массой 0,2—1,0 г помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$, смачивают водой, приливают 5 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, растворяют при нагревании до 70—80 °С, упаривают до влажных солей, охлаждают до комнатной температуры, приливают 4 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают до растворения солей, переводят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, приливают до 40 $см^3$ воды, перемешивают. Перед измерением оптической плотности растворов приливают 2 $см^3$ раствора роданистого калия, доводят водой до метки, перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 490 нм в кювете с длиной оптического пути 50 мм. В качестве раствора сравнения используют воду.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт на реактивы, значение оптической плотности которого вычитают из значения оптической плотности раствора пробы. Значение оптической плотности раствора контрольного опыта не должно быть более 0,05. В противном случае заменяют реактивы и анализ повторяют. Массу железа находят по градуировочному графику.

6.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ приливают 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 $см^3$ стандартного раствора железа, содержащего 0,01 $мг/см^3$ железа, воды до 40 $см^3$, по 4 $см^3$ раствора азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, перемешивают. Перед измерением оптической плотности растворов приливают 2 $см^3$ раствора роданистого калия, доводят водой до метки, перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 490 нм в кювете с длиной оптического пути 50 мм. В качестве раствора сравнения используют нулевой раствор. По полученным средним значениям оптических плотностей и соответствующим массам железа строят градуированный график, откладывая по оси абсцисс массу железа, выраженную в микрограммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

6.3. Обработка результатов

6.3.1. Массовую долю железа (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 10^6},$$

где m_1 — масса железа, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, проведенных из отдельных навесок.

6.3.2. Расхождения результатов двух параллельных определений или результатов анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение, %
$5{,}0 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$
$1{,}0 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$
$2{,}5 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$

Разд. 6. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

7. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА И МЕДИ В РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛАХ И ИХ ОКИСЯХ

Метод основан на измерении атомного поглощения определяемого элемента при атомизации раствора пробы в воздушно-ацетиленовом пламени.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр фирмы Перкин-Элмер М300 или аналогичный прибор, предназначенный для работы с воздушно-ацетиленовым пламенем.

Лампы полого катода типа ЛСП на медь и железо.

Весы аналитические типа АВ-200.

Колбы мерные вместимостью 25, 100, 1000 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 1,5 см^3.

Пипетки без делений 2, 5, 10, 20 см^3.

Стаканы кварцевые химические вместимостью 50, 100, 250 см^3.

Ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., разбавленная 1 : 1 и раствор с массовой долей 0,5 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., разбавленная 1 : 1 и раствор с массовой долей 0,5 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Порошок медный электролитический по ГОСТ 4960—75.

Порошок железный по ГОСТ 9849—86.

Стандартный раствор железа (запасной), содержащий 1 мг/см^3 железа: навеску железного порошка массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 2—3 см^3 дистиллированной воды и 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Растворение проводят при медленном нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Стандартные растворы железа, содержащие 0,0005; 0,0010; 0,0020; 0,0030 мг/см^3 железа: готовят последовательным разбавлением запасного раствора железа раствором соляной кислоты с массовой долей 5 %.

Стандартный раствор меди (запасной), содержащий 1 мг/см^3 меди: навеску медного порошка массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, смачивают 2—3 см^3 дистиллированной воды и добавляют 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. Растворение проводят при медленном нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой. Стандартные растворы меди, содержащие 0,0005; 0,0010; 0,0020; 0,0030 мг/см^3 меди готовят последовательным разбавлением запасного раствора раствором азотной кислоты с массовой долей 0,5 %.

7.2. Подготовка пробы к анализу

Две навески пробы массой по 1 г помещают в два кварцевых стакана вместимостью 50 см^3, приливают 2—3 см^3 дистиллированной воды в каждый из них. Для определения железа пробу растворяют в 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Для определения меди пробу растворяют в 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. Растворение проводят при нагревании. Пробы упаривают до объема 1,5—2 см^3, охлаждают, приливают 5—7 см^3 дистиллированной воды, переносят в мерные колбы вместимостью 25 см^3 и доводят до метки растворами кислот с массовой долей 0,5 %: при определении железа — соляной кислотой, при определении меди — азотной кислотой.

Параллельно с приготовлением раствора пробы готовят раствор контрольного опыта.

7.1, 7.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

7.3. Проведение анализа

Прибор подготавливают к работе согласно инструкции к прибору. Используется однощелевая горелка длиной 100 мм.

Длина волны: для железа 248,3 нм, для меди 324,7 нм.

Расход воздуха по шкале ротаметра: «Oxydant» — 21 дел; расход ацетилена по шкале ротаметра «Fuel» — 3 дел.

Приготовленные растворы пробы распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют атомное поглощение для железа и меди. Параллельно ведут измерения контрольного опыта. Затем измеряют атомное поглощение двух стандартных растворов: большего и меньшего по сравнению с атомным поглощением пробы.

Для исключения влияния медленного изменения давления газов на величину атомного поглощения повторяют всю серию измерений в обратном порядке (рабочие растворы, контрольный опыт, пробы). Массовые доли железа и меди находят, как среднее значение результатов двух параллельных измерений одной и той же пробы. При необходимости вводят поправку контрольного опыта.

7.4. Обработка результатов

7.4.1. Массовую долю определяемого элемента (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = 2{,}5\left[C_1 + \frac{(C_2 - C_1)\cdot(A_x - A_1)}{A_2 - A_1}\right],$$

где C_1, C_2 — массовая доля определяемого элемента в рабочих растворах (меньше и больше соответственно), мг/см^3;

A_x, A_2, A_1 — величина атомного поглощения соответственно для пробы большего и меньшего рабочих растворов.

Для каждого элемента анализ проводят из двух навесок. За результат анализа принимают среднее значение результатов двух параллельных определений.

7.4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений или результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 4.

Таблица 4

Определяемый элемент	Массовая доля элемента, %	Допускаемое расхождение, %	Определяемый элемент	Массовая доля элемента, %	Допускаемое расхождение, %
Железо	0,002	0,0006	Медь	0,004	0,0015
	0,005	0,0012		0,008	0,0030
	0,008	0,0015		0,020	0,0070
	0,020	0,0040		0,050	0,0150
	0,030	0,0050			

7.3—7.4.2. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru