МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОБОР

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15′781—198:546.56.06:006.354 Группа В19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОБОР

Методы определения меди

ГОСТ 14021.7—78

Ferroboron.
Methods for the determination of capper

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения меди (при массовой доле меди от 0,01 до 0,15 %) в ферроборе, предназначенном для легирования сталей и сплавов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 25207.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия в аммиачной среде и измерении оптической плотности на спектрофотометре при длине волны 453 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 400 до 480 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Аммоний лимоннокислый, двузамещенный по ТУ 6—09—01—755—88, раствор с массовой долей 25 %.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота хлорная плотностью 1,53 или 1,67 г/см^3.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор с массовой долей 0,1 % в растворе аммиака 1:100, свежеприготовленный.

2-цетилпиридиний хлористый, раствор с массовой долей 0,1 %, свежеприготовленный.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор с массовой долей 0,5 %, свежеприготовленный.

Медь электролитическая.

Железо типа «Армко», раствор; готовят следующим образом: 1 г железа типа «Армко» помещают в стакан вместимостью 300 см^3 и растворяют в 30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. После

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

растворения пробы добавляют 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Соли растворяют при нагревании в 25—30 см^3 воды, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,002 г железа.

Медь сернокислая, стандартные растворы.

Раствор А; готовят следующим образом: 1 г электролитической меди растворяют при нагревании в 20—25 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, затем прибавляют 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления паров серной кислоты, соли растворяют в 100 см^3 воды. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,001 г меди.

Раствор Б; готовят следующим образом: 100 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,0001 г меди.

Раствор В: 100 см^3 стандартного раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор готовят перед применением.

1 см^3 раствора В содержит 0,00001 г меди.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску ферробора массой 0,5 г помещают в платиновую или стеклоуглеродистую чашку, добавляют 10 см^3 фтористоводородной кислоты и 10 см^3 хлорной кислоты и растворяют при нагревании. Содержимое чашки выпаривают до прекращения выделения белых паров хлорной кислоты. Затем прибавляют 10 см^3 соляной кислоты и выпаривают досуха. В охлажденную чашку прибавляют 10 см^3 соляной кислоты (1:1), 20 см^3 серной кислоты (1:1) и нагревают до выделения паров серной кислоты. В охлажденную чашку прибавляют от 50 до 60 см^3 воды и нагревают до растворения солей. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют через двойной плотный сухой фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Объем аликвотной части раствора пробы, см^3
От 0,01 до 0,05	20
Св. 0,05 » 0,15	10

В зависимости от содержания меди в пробе аликвотные части фильтрата берут, как указано в табл. 1.

Аликвотную часть помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 20 см^3 раствора лимоннокислого аммония, перемешивают, добавляют 15 см^3 аммиака и 10 см^3 раствора желатина. Растворы охлаждают, затем приливают 10 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия (после прибавления каждого реактива раствор энергично перемешивают), доводят до метки водой, перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 453 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 400 до 480 нм. В качестве раствора сравнения применяют раствор пробы без добавления раствора диэтилдитиокарбамата натрия. После вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы находят массу меди по градуировочному графику.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в восемь из девяти мерных колб вместимостью по 100 см^3 вводят 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 см^3 стандартного раствора В, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007; 0,00008 г меди. Во все колбы прибавляют по 10 см^3 раствора железа, по 20 см^3 раствора лимоннокислого аммония, перемешивают, добавляют по 15 см^3 аммиака и по 10 см^3 раствора желатина или по 5 см^3 раствора хлористого 2-цетилпиридиния. Растворы охлаждают, затем приливают по 10 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия, доводят до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 453 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне волн от 400 до 480 нм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартный раствор меди.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям меди строят градуировочный график.

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m100}{m_1},$$

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

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

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

Таблица 2

%

Массовая доля меди	Погрешность результатов анализа	Допускаемое расхождение			
		результатов двух анализов	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения
От 0,01 до 0,02 включ.	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
Св. 0,02 » 0,05 »	0,005	0,006	0,005	0,006	0,003
» 0,05 » 0,10 »	0,007	0,008	0,007	0,008	0,004
» 0,10 » 0,15 »	0,018	0,022	0,018	0,022	0,012

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2а. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

2а.1. Сущность метода

Метод основан на растворении навески пробы в хлорной и фтористоводородной кислотах, распылении раствора в пламя воздух-ацетилен и измерении атомной абсорбции меди при длине волны 324,7 нм.

2а.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрометр атомно-абсорбционный любого типа со всеми принадлежностями и с источником излучения для меди.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота хлорная.

Медь электролитическая.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 1 г меди растворяют при нагревании в 25 см^3 азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,001 г меди.

Раствор Б: 100 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г меди.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2а.3. Проведение анализа

2а.3.1. Навеску ферробора массой 0,5 г помещают в платиновую или стеклоуглеродистую чашку, добавляют 10 см^3 фтористоводородной кислоты, 10 см^3 хлорной кислоты и растворяют при нагревании. Содержимое чашки выпаривают до прекращения выделения белых паров хлорной кислоты. В охлажденную чашку прибавляют 10 см^3 соляной кислоты и выпаривают досуха. Затем чашку охлаждают и приливают 8 см^3 соляной кислоты (1:1), нагревают до растворения солей, приливают от 20 до 30 см^3 воды, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 (при массовой доле меди до 0,05 %) или 100 см^3 (при массовой доле меди св. 0,05 %). Раствор охлаждают, доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через двойной плотный сухой фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Распыляют растворы контрольного опыта и раствор пробы в пламя воздух-ацетилен в порядке увеличения абсорбции до получения стабильных показаний для каждого раствора. Перед распылением каждого раствора распыляют воду для промывания системы и проверки нулевой точки. Измеряют атомную абсорбцию меди при длине волны 324,7 нм.

После вычитания значения атомной абсорбции раствора контрольного опыта из значения атомной абсорбции раствора пробы находят концентрацию меди в растворе пробы по градуировочному графику.

2а.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 $см^3$ вводят 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0004; 0,0006 и 0,0008 г меди. Седьмая колба, не содержащая стандартный раствор, служит для проведения контрольного опыта. Затем в каждую колбу прибавляют по 8 $см^3$ соляной кислоты (1:1), доводят до метки водой и перемешивают. Далее поступают как указано в п. 2а.3.1.

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

2а.4. Обработка результатов

2а.4.1. Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

V — общий объем раствора пробы, $см^3$;

m — масса навески пробы, г.

2а.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности при определении массовой доли меди приведены в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Раздел 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   И.К. Майборода, В.В. Мирошниченко

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.08.78 № 2330**

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4117—83**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 14021.7—68**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.2, 2а.2	ГОСТ 10484—78	2.2, 2а.2
ГОСТ 3760—79	2.2	ГОСТ 11293—89	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2	ГОСТ 25207—85	1.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 2а.2	ГОСТ 28473—90	1.1
ГОСТ 8864—71	2.2	ТУ 6—09—01—755—88	2.2

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1984 г., мае 1989 г. (ИУС 8—84, 8—89)**

Редактор *В.П. Огурцов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 08.04.99. Подписано в печать 21.04.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60.
Тираж 136 экз. С2651. Зак. 1012.

gost.e-ecolog.ru

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256
ПЛР № 040138