ГОСТ 13938.4—78

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕДЬ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

БЗ 4—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.3:546.72.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕДЬ

Методы определения железа

ГОСТ 13938.4—78

Copper.
Methods for determination of iron

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле от 0,0005 до 0,1 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,0008 до 0,06 %) методы определения железа в меди.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 13938.1.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА
(при массовой доле железа от 0,0005 до 0,1 %)

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтого комплексного соединения железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачном растворе после отделения железа от меди осаждением его с гидроокисью алюминия или лантана. Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 425 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со всеми принадлежностями.

Центрифуга со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:19.

Квасцы алюмокалиевые (алюминий — калий сернокислый) по ГОСТ 4329.

Алюминий первичный по ГОСТ 11069, марки А 999 или А 995.

Раствор алюминия; готовят следующим образом: 1 г алюминия растворяют в 15—20 $см^3$ соляной кислоты или 20 г калия алюминия сернокислого растворяют в воде с прибавлением 15 $см^3$ соляной кислоты. Растворы доливают водой до 1 $дм^3$.

Окись лантана.

Лантан азотнокислый шестиводный или лантан хлористый.

Раствор лантана; готовят следующим образом: 1,2 г окиси лантана растворяют в 15 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, или 2,7 г хлористого лантана, или 3,1 г азотнокислого лантана растворяют в воде, прибавляют 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор доливают водой до 1 $дм^3$.

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг лантана.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 2000
Переиздание с Изменениями

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор 100 г/дм^3.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 200 г/дм^3.

Железо восстановленное.

Железа окись по НТД, предварительно высушенная при 110 °С.

Растворы железа стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,143 г окиси железа или 0,100 г железа растворяют в 30 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают до метки водой.

1 см^3 раствора содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 см^3 раствора А переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 2 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1,и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора содержит 0,02 мг железа.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Определение железа при массовой доле его от 0,0005 до 0,01 %*

Навеску меди массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 5 см^3 азотной кислоты. Окислы азота удаляют при осторожном кипячении в стакане, прикрытом часовым стеклом. Раствор разбавляют 25 см^3 воды, прибавляют 5 см^3 раствора алюминия или лантана, затем при постоянном перемешивании раствор аммиака в таком количестве, чтобы вся медь перешла в комплексное соединение (синий раствор). Раствор с осадком нагревают до 70—80 °С и выдерживают при этой температуре в течение 20 мин. После охлаждения гидроокиси отделяют фильтрованием или центрифугированием.

Для центрифугирования содержимое стакана переливают в пробирку центрифуги и центрифугируют в течение 2 мин. Затем раствор над осадком сливают (сифонируют), а осадок в пробирке два раза промывают по 10 см^3 раствором аммиака, разбавленным 1:19, каждый раз сливая промывной раствор. К осадку в пробирке прибавляют 2 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, и после растворения осадка прибавляют 10 см^3 воды. Затем при перемешивании прибавляют по каплям раствор аммиака до осаждения гидроокисей. Через 10 мин содержимое пробирки центрифугируют и раствор над осадком сливают. Осадок в пробирке промывают два раза по 10 см^3 аммиака, разбавленного 1:19, растворяют в 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор переносят в стакан, в котором проводилось осаждение.

При фильтровании содержимое стакана после осаждения гидроокисей фильтруют на фильтр средней плотности. Осадок на фильтре промывают несколько раз горячим раствором аммиака, разбавленным 1:19. Затем осадок смывают с фильтра струей горячей воды в стакан, в котором проводилось осаждение, прибавляют 5 см^3 соляной кислоты и содержимое стакана нагревают до растворения осадка (раствор должен быть прозрачным). Раствор в стакане охлаждают, прибавляют 25 см^3 воды и переосаждают гидроокиси раствором аммиака.

Осадок гидроокисей фильтруют на тот же фильтр и промывают на фильтре 5—6 раз горячим раствором аммиака, разбавлением 1:19. Затем осадок с фильтра смывают струей горячей воды в стакан, в котором проводили осаждение. Остаток гидроокисей на фильтре растворяют в 5—10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, и собирают раствор в стакан, в котором осаждали гидроокиси. Фильтр промывают 2—3 раза малыми порциями горячей воды, присоединяя промывные воды к основному раствору в стакане.

Раствор выпаривают до 2—3 см^3 и после охлаждения переливают в мерную колбу вместимостью 25 см^3 или 50 см^3. Стакан обмывают раствором хлористого аммония 2 раза по 5 см^3. К раствору в мерной колбе прибавляют 2,5 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают; прибавляют 5 см^3 раствора аммиака и доливают водой до метки. Оптическую плотность раствора измеряют не позже чем через 30 мин при длине волны 425 нм в кювете с оптимальной толщиной слоя. Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит вода.

Одновременно проводят два контрольных опыта со всеми применяемыми реактивами. Среднюю величину оптической плотности растворов контрольных опытов вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора.

Массу железа в растворе устанавливают по градуировочному графику, построенному, как указано в п. 2.3.3.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.3.2. *Определение железа при массовой доле его от 0,01 до 0,1 %*

Растворение и отделение железа выполняют таким же образом, как описано в п. 2.3.1. К солянокислому раствору, полученному после растворения гидроокисей, прибавляют 20 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доливают водой до метки, 5 $см^3$ этого раствора переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, прибавляют 10 $см^3$ раствора хлористого аммония, 2,5 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют 5 $см^3$ раствора аммиака и доливают водой до метки. Далее поступают так же, как указано в п. 2.3.1.

2.3.3. *Построение градуировочного графика*

В стаканы помещают по 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 10; 20; 40; 60; 80 и 100 мкг железа, прибавляют 5 $см^3$ азотной кислоты и 25 $см^3$ воды. Отделение железа, растворение гидроокисей соляной кислотой и измерение оптической плотности растворов выполняют, как указано в п. 2.3.1.

По найденным значениям оптической плотности растворов и соответствующим содержаниям железа строят градуировочный график.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА
(при массовой доле железа от 0,0008 до 0,06 %)

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и последующем измерении поглощения линии железа при введении солянокислого или азотнокислого раствора в пламя ацетилен-воздух при длине волны 248,3 нм.

При массовой доле железа до 0,002 % его соосаждают с гидроксидом лантана.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, включающий лампу с полым катодом из железа, горелки для пламени ацетилен-воздух и распылительную систему.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Компрессор воздушный.

Вода бидистиллированная.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, или кислота азотная по ГОСТ 4461 (прокипяченная до удаления окислов азота), разбавленная 1:1.

Медь, стандартный образец для спектрального анализа № 312 по Госреестру № 2, содержащий $6{,}8 \cdot 10^{-4}$ % железа, или электролитная медь с установленной массовой долей железа.

Железо по ГОСТ 9849.

Растворы железа стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г железа растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,01 мг железа.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску меди массой 1,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают. Полученный раствор меди распыляют в пламя и измеряют абсорбцию при длине волны 248,3 нм.

Одновременно проводят контрольный опыт со всеми применяемыми реактивами. Величину оптической плотности раствора контрольного опыта вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора.

Массу железа в растворе определяют по градуировочному графику.

Допускается для определения массовой доли железа использовать метод добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.1а. При массовой доле железа до 0,002 % навеску меди массой 1,0 г помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 10—15 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и далее анализ проводят по п. 2.3.1.

Раствор выпаривают до объема 6—8 см^3, охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Измеряют поглощение линии железа при длине волны 248,3 нм, вводя анализируемый раствор в пламя ацетилен-воздух.

Массу железа определяют по градуировочному графику.

Допускается в анализируемом растворе определение цинка (при массовой доле от 0,0005 до 0,006 %), никеля (при массовой доле от 0,1 до 0,5 %), олова (при массовой доле от 0,005 до 0,06 %).

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают 1,0 г стандартного образца меди, приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения меди в мерную колбу помещают 0; 0,5; 1; 2; 5; 10; 20 и 50 см^3 стандартного раствора Б, доливают до метки водой и перемешивают.

Полученные растворы содержат 7; 12; 17; 27; 57; 107; 207 и 507 мкг железа.

Измеряют абсорбцию приготовленных растворов, как указано в п. 3.3.

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

При построении графика значение сигнала фонового раствора необходимо вычесть из значения сигнала каждого стандартного раствора и провести график из начала координат.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю железа (X) в процентах при фотометрическом определении вычисляют по формулам:

при массовой доле железа от 0,0005 до 0,01 %

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

при массовой доле железа от 0,01 до 0,1 %

$$X = \frac{m_1 \cdot V}{V_1 \cdot m \cdot 10000},$$

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

m — масса навески меди, г;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3.

4.2. Массовую долю железа (X) в процентах при атомно-абсорбционном определении вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

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

m — масса навески меди, г.

4.3. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений	анализов
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,0006
» 0,003 » 0,010 »	0,001	0,002
» 0,010 » 0,030 »	0,002	0,005
» 0,030 » 0,100 »	0,004	0,007

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.4. При разногласиях в оценке массовой доли железа применяют фотометрический метод.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Исключено, Изм. № 4).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.П. Гиганов, Е.М. Феднева, А.А. Бляхман, Е.Д. Шувалова, А.Н. Савельева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24.01.78 № 155**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13938.4—68**

4. **Стандарт соответствует стандарту ИСО 1812—76**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 3773—72	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4329—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4478—78	2.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 9849—86	3.2
ГОСТ 11069—74	2.2
ГОСТ 11125—84	3.2
ГОСТ 13938.1—78	1

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в декабре 1979 г., апреле 1983 г., июне 1985 г., апреле 1988 г. (ИУС 2—80, 7—83, 8—85, 7—88)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 26.11.99. Подписано в печать 24.12.99. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,63. Тираж 146 экз. С4126. Зак. 1057.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru