



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ФЕРРОМОЛИБДЕН

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

ГОСТ 13151.7—82

Издание официальное

БЗ 6—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

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 ферромolibдене (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/дм³.

Натрий фосфорнокислый пиро по ГОСТ 342—77, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Бумага индикаторная конго.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—89, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³.

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

С. 2 ГОСТ 13151.7—82

Раствор А: 0,1 г металлической меди растворяют при нагревании в 10—15 см³ азотной кислоты (1 : 1), добавляют 30 см³ серной кислоты (1 : 1) 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 водой до метки и перемешивают. Массовая концентрация меди в растворе Б равна 0,00001 г/см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску ферромолибдена массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ азотной кислоты (1 : 3) и растворяют навеску при умеренном нагревании. После растворения навески приливают 10 см³ 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 см³ воды при нагревании. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, 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 см³, приливают 20 см³ раствора пиррофосфорнокислого натрия, аммиака до нейтральной реакции по бумаге конго и еще в избыток 2 см³. Приливают 5 см³ раствора желатина, 4 см³ 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 см³ вводят 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 см³ 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 см³ раствора пиррофосфорнокислого 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_1	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/дм³: 20 г железа растворяют в 60 см³ 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 дм³.

Медь металлическая по ГОСТ 859—78.

Стандартный раствор меди. 0,1 г металлической меди растворяют при нагревании в 10—15 см³ азотной кислоты (1 : 1), приливают 30 см³ серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до появления паров серной кислоты. Соли растворяют в 100 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Массовая концентрация меди в растворе равна 0,0002 г/см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску ферромолибдена массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ азотной кислоты (1 : 3) и растворяют навеску при умеренном нагревании. После растворения навески приливают 8 см³ 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 см³. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. В мерную колбу вместимостью 100 см³, 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

С. 4 ГОСТ 13151.7—82

3.3.2. Для построения градуировочного графика в пять стаканов из шести вместимостью по 250 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ 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 см³ раствора железа и по 8,0 см³ 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

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

где C — концентрация меди в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — общий объем раствора, см³;

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. п. 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.
Цар № 080102