

нение № 2 ГОСТ 23862.24—79 Редкоземельные металлы и их окиси. Методы определения железа и меди

введено в действие Постановлением Государственного комитета Р по управлению качеством продукции и стандартам от 17.05.90 № 1204

Дата введения 01.01.91

Зводную часть изложить в новой редакции: «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 церия (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 $5 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2} \%$) в редкоземельных металлах и их окисях (кроме церия и его окиси)».

Раздел 2. Заменить ссылку: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84.

Стандарт дополнить разделом — 4а:

«4а. Экстракционно-фотометрический метод определения меди в лантане и его окиси

Метод основан на экстракционном концентрировании меди в виде диэтилдитиокарбамиата 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 см³.

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, разогнанная в кварцевом аппарате.

Хлороформ медицинский.

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

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 10 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 ходного (запасного) раствора меди водой в 100 раз. Раствор готовят в день отребления.

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 яблочной 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 расслоения органический слой (нижний) переносят в сухую кювету для фотометрирования ($l=40$ мм) и измеряют оптическую плотность раствора по сравнению с хлороформом на спектрофотометре ($\lambda_{\text{max}} = 435$). Одновременно проводят контрольный опыт через все стадии анализа и вводят поправку. Массовую долю меди в пробе определяют по градуировочному графику.

4a.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 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 воронку 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 ($\lambda_{\text{max}} \approx 435$ 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.

4a.3. Обработка результатов

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

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

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

m_2 — навеска анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое 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, % | Допускаемые расхождения, % | Массовая доля меди, % | Допускаемые расхождения, % |
|-----------------------|----------------------------|-----------------------|----------------------------|
| 5·10 ⁻⁶ | 4·10 ⁻⁶ | 5·10 ⁻⁴ | 1·10 ⁻⁴ |
| 1·10 ⁻⁵ | 6·10 ⁻⁶ | 1·10 ⁻³ | 2·10 ⁻⁴ |
| 5·10 ⁻⁵ | 2·10 ⁻⁵ | 5·10 ⁻³ | 1·10 ⁻³ |
| 1·10 ⁻⁴ | 3·10 ⁻⁵ | | |

Раздел 5. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Стандарт дополнить разделом — 5а:

«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 SP8—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 дистиллированная.

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

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

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, ч.д.а. (перекристаллизованный), раствор с концентрацией 100 г/дм³ (приготовление раствора по ГОСТ 23862.24—79, разд. 5).Натрий уксуснокислый трехводный по ГОСТ 199—78, х.ч., раствор с концентрацией 100 г/дм³ готовят по ГОСТ 23862.24—79, разд. 5.

Порошок железный по ГОСТ 9849—74 (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 см³, приливают 10—20 см³ 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 и через 10 мин раствор уксуснокислого натрия до перехода цвета индикаторной бумаги от синей до розовой. Затем приливают 2 см³ раствора натрия уксуснокислого, 5 см³ 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 конт-

ольных опыта на чистоту реагентов. В качестве раствора сравнения в этом случае применяют дистиллированную воду.

5а.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. Приливают 2 см³ раствора гидроксиламина и через 10 мин раствор уксуснокислого натрия до перехода цвета индикаторной бумаги от синей до розовой. Затем приливают 2 см³ раствора натрия уксуснокислого, 5 см³ 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.

(Продолжение изменения к ГОСТ 23862.24—79)

В результате анализа принимают среднее арифметическое 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, % | Допускаемые расхождения, % |
|-------------------------|----------------------------|
| $1 \cdot 10^{-4}$ | $0,6 \cdot 10^{-4}$ |
| $1 \cdot 10^{-3}$ | $0,4 \cdot 10^{-3}$ |
| $1 \cdot 10^{-2}$ | $0,3 \cdot 10^{-2}$ |

Раздел 6. Заменить ссылки: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84, ГОСТ 9849—74 на ГОСТ 9849—86.

Пункты 7.1, 7.2. Заменить слова и ссылку: «0,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,5 %»; ГОСТ 9849—74 на ГОСТ 9849—86.

(ИУС № 8 1990 г.)