ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы анализа

Издание официальное

Москва
ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
2002

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.35'6:006.354

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Бронзы безоловянные. Методы анализа» содержит стандарты, утвержденные до 1 февраля 2002 г.

В стандарты внесены изменения, принятые до указанного срока.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в ежемесячном информационном указателе «Государственные стандарты».

© ИПК Издательство стандартов, 2002

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Метод определения меди

ГОСТ 15027.1—77

Non-tin bronze.
Method for the determination of copper.

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический электролитический метод определения меди в безоловянных бронзах по ГОСТ 18175, ГОСТ 614 и ГОСТ 493.

Метод основан на выделении меди электролизом при силе тока 1,5—2А, взвешивании выделившегося на катоде осадка меди и определении оставшейся в электролите меди методами: атомной абсорбции в пламени ацетилен — воздух при длине волны 324,7 нм и фотометрическим с купризоном.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением: за результат анализа принимают среднеарифметическое трех (двух) параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Электролизная установка с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТ 6563.

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для меди.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1 и 1:2.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1, 1:4, 1:50 и 1:99.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор 10 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Кислота борная по ГОСТ 18704.

Смесь для растворения I; готовят следующим образом: к 600 см^3 раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют 40 см^3 фтористоводородной кислоты, 15 г борной кислоты, перемешивают и доливают водой до 1000 см^3. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

Кислота лимонная по ГОСТ 10484.

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

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения II, готовят смешиванием девяти объемов бромистоводородной кислоты с одним объемом брома.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:4.

Мочевина по ГОСТ 6691, раствор 10 г/дм^3.

Лимоннокислый аммоний, раствор; готовят следующим образом: 150 г лимонной кислоты растворяют в 400 см³ воды, добавляют при перемешивании 100 см³ концентрированного раствора аммиака, охлаждают, добавляют еще 100 см³ аммиака, охлаждают и доливают водой до объема 1000 см³.

Бис—циклогексанон—оксалил—дигидразон (купризон), раствор; готовят следующим образом: 2,5 купризона растворяют при перемешивании в 900 см³ воды при температуре 60—70 °С.

После охлаждения раствор фильтруют в темный стеклянный сосуд, доливают водой до объема 1000 см³. Раствор годен 10 дней.

Медь по ГОСТ 859 с массовой долей меди не менее 99,9%.

Стандартные растворы меди.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г меди растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, удаляют окислы азота кипячением, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г меди.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г меди.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Для сплавов, не содержащих олова, свинца и кремния

Навеску бронзы массой 0,5—1 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, добавляют 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют без нагревания, а затем при нагревании. После растворения навески и удаления окислов азота кипячением обмывают стекло и стенки стакана водой, разбавляют раствор водой до 100—150 см³, приливают 7 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, и выделяют медь электролизом.

Электролиз ведут при силе тока 1,5—2 А и напряжении 2,5 В при перемешивании.

Для сплавов с массовой долей железа или марганца свыше 1% добавляют во время электролиза небольшими порциями 1,0—1,5 см³ раствора сернокислого гидразина.

После обесцвечивания раствора стенки стакана и выступающие части электродов обмывают водой, добавляют около 20 см³ воды и продолжают электролиз еще в течение 10—15 мин. Если на погруженной части катода медь не выделилась, электролиз считают законченным. В противном случае электролиз ведут еще 30 мин и вновь контролируют полноту выделения меди.

По окончании электролиза, не выключая тока, ополаскивают электроды из промывалки водой. Затем выключают ток и промывают катод с медью, погружая его поочередно в три стакана с дистиллированной водой, затем погружают в стакан с этиловым спиртом. Катод высушивают при (100±5) °С до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Для сплавов, содержащих кремний

Навеску бронзы массой 1 г помещают в платиновую чашку, приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 2—3 см³ фтористоводородной кислоты и накрывают крышкой из фторопласта или платины. После растворения выпаривают до небольшого объема (до получения влажных солей).

Затем приливают 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают раствор до выделения белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, растворяют соли в 30—40 см³ холодной воды, раствор нагревают, переносят в стакан вместимостью 250—300 см³, доливают водой до 100—150 см³, приливают 8 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выделяют медь электролизом, как указано в п. 3.1.

3.3. Для сплавов, содержащих олово

Навеску бронзы массой 1 г помещают во фторопластовый стакан вместимостью 250 см³, добавляют 6—8 капель (0,4—0,5 см³) фтористоводородной кислоты, 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают крышкой (пластинкой) из фторопласта или платины и растворяют без нагревания, а затем при нагревании. Крышку и стенки стакана обмывают водой и нагревают до кипения, затем разбавляют водой до 150 см³ и проводят электролиз, как указано в п. 3.1.

3.4. Для сплавов, с массовой долей свинца от 0,8% до 2%

Навеску бронзы массой 1 г растворяют в 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, в стакане вместимостью 250—300 см³, накрытом часовым стеклом, при нагревании. После растворения навески и удаления окислов азота кипячением обмывают стекло и стенки стакана водой, разбавляют раствор водой до 100—150 см³ и проводят электролиз, применяя сетчатые цилиндрические электроды, через 15—20 мин прибавляют 7 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, и продолжают электролиз, как указано в п. 3.1.

3.5. Для сплавов с массовой долей свинца свыше 20%

Навеску бронзы массой 1 г растворяют в 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:2, в стакане вместимостью 250—300 см³, накрытом часовым стеклом, при нагревании. После растворения навески обмывают стекло и стенки стакана 50 см³ воды, приливают тонкой струей 5—6 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4 (при постоянном перемешивании стеклянной палочкой), прибавляют 2 г сернокислого аммония и отстаивают раствор в течение 3—4 ч. Осадок сернокислого свинца отфильтровывают на плотный фильтр и промывают его 5—6 раз серной кислотой, разбавленной 1:50.

Из фильтрата выделяют медь электролизом, как указано в п. 3.1.

3.6. Для сплавов, с массовой долей сурьмы до 0,05%

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 25 см³ смеси для растворения I и растворяют при осторожном нагревании. Выдерживают раствор 1 ч при 90 °С, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 50 см³ воды, аммиак до появления осадка, азотную кислоту, разбавленную 1:1, до растворения осадка и сверх того 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют 10 см³ раствора сульфаминовой кислоты, разбавляют водой до 150 см³ и проводят электролиз, как указано в п. 3.1.

3.7. Для сплавов, с массовой долей сурьмы свыше 0,05%

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³ и растворяют в 15 см³ смеси для растворения II при осторожном нагревании. После растворения раствор выпаривают досуха. Затем еще два раза добавляют 15 см³ смеси для растворения II и раствор каждый раз выпаривают досуха. К сухому остатку добавляют 10 см³ азотной кислоты и раствор выпаривают до сиропообразного состояния. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты.

Остаток охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и снова упаривают до появления белого дыма серной кислоты. К охлажденному остатку добавляют 50 см³ воды, нагревают до растворения солей, охлаждают и в случае появления осадка отфильтровывают на плотный фильтр и промывают 3—4 раза серной кислотой, разбавленной 1:99. Осадок отбрасывают, к фильтрату добавляют 10 см³ прокипяченной азотной кислоты, разбавленной 1:1, 10 см³ раствора сульфаминовой кислоты, воды до объема 100—150 см³ и проводят электролиз, как указано в п. 3.1.

3.8. Определение остаточной меди в электролите

Электролит, после отделения меди, выпаривают до объема 40 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

3.8.1. Определение меди методом атомно-абсорбционной спектрометрии

3.8.1.1. Измеряют атомную абсорбцию меди в пламени ацетилен—воздух при длине волны 324,7 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика.

3.8.2. Построение градуировочного графика

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б меди. Во все колбы добавляют по 5 см³ азотной, разбавленной 1:1, и серной, разбавленной 1:1, кислот, доливают водой до метки и измеряют атомную абсорбцию меди, как указано в п. 3.8.1.1. По полученным данным строят градуировочный график.

3.8.3. Определение меди фотометрическим методом с купризоном

3.8.3.1. Аликвотную часть электролита — 50 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают 10 см³ раствора лимоннокислого аммония и раствор аммиака, разбавленный 1:4, до слабощелочной реакции, затем добавляют 2 см³ раствора аммиака, разбавленного 1 : 4, 10 см³ раствора купризона, немедленно доливают до метки водой и перемешивают. pH полученного раствора должен быть 8,5—9,0. Через 5 мин, но не позднее 30 мин, измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с оранжевым светофильтром в кювете длиной 3 см или на спектрофотометре при длине волны 600 нм в кювете длиной 1 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.8.4. Построение градуировочного графика

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,5; 0,75; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см³ стандартного раствора Б меди.

Во все колбы добавляют по 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 10 см³ раствора лимоннокислого аммония и далее проводят анализ, как указано в п. 3.8.3.1.

По полученным данным строят градуировочный график. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий меди.

3.6—3.8.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю меди (X) в процентах в случае определения оставшейся в электролите меди методом атомно-абсорбционной спектрометрии вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1)\cdot 100}{m} + \frac{C\cdot V\cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора электролита, см³;

m_1 — масса катода, г;

m_2 — масса катода с выделившейся медью, г;

C — концентрация меди, найденная по градуировочному графику, г/см³;

m — масса навески, г.

4.2. Массовую долю меди (X) в процентах в случае определения оставшейся в электролите меди фотометрическим методом вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1)\cdot 100}{m} + \frac{m_3 V\cdot 100}{m V_1},$$

где V — объем раствора электролита, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m_1 — масса катода, г;

m_2 — масса катода с выделившейся медью, г;

m_3 — масса меди, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, г.

4.3. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в таблице.

Массовая доля меди, %	d, %	D, %
От 50 до 80	0,15	0,4
Св. 80	0,20	0,5

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при разных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в таблице.

4.5. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, в соответствии с ГОСТ 25086.

4.4, 4.5. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.77 № 1614

3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.1—69

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1527—79

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 493—79	Вводная часть
ГОСТ 614—97	Вводная часть
ГОСТ 859—2001	Разд. 2
ГОСТ 2062—77	Разд. 2
ГОСТ 3760—79	Разд. 2
ГОСТ 3769—78	Разд. 2
ГОСТ 4109—79	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 4478—78	Разд. 2
ГОСТ 5841—74	Разд. 2
ГОСТ 6563—75	Разд. 2
ГОСТ 6691—77	Разд. 2
ГОСТ 10484—78	Разд. 2
ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 18704—78	Разд. 2
ГОСТ 25086—87	1.1, 4.5

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

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)

gost.e-ecolog.ru