ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПЛАВЫ И ПОРОШКИ ЖАРОПРОЧНЫЕ, КОРРОЗИОННО-СТОЙКИЕ, ПРЕЦИЗИОННЫЕ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ

Методы определения меди

Издание официальное

БЗ 10—99/394

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 145 «Методы контроля металлопродукции»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 23 марта 2000 г. № 63-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПЛАВЫ И ПОРОШКИ ЖАРОПРОЧНЫЕ, КОРРОЗИОННО-СТОЙКИЕ, ПРЕЦИЗИОННЫЕ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ

Методы определения меди

Heat-proof, corrosion-resistant, precision alloys and powders on the basis of nickel.
Methods of copper determination

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический (при массовой доле меди от 0,005 % до 0,1 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле меди от 0,01 % до 6,0 %) методы определения меди в жаропрочных, коррозионно-стойких и прецизионных сплавах и порошках на основе никеля.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 859—78 Медь. Марки
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия
ГОСТ 8864—71 Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия
ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 28473—90 Чугун, сталь, ферросплавы, хром, марганец металлические. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

4 Экстракционно-фотометрический метод определения меди (0,005 % — 0,1 %)

4.1 Сущность метода

Метод основан на образовании в аммиачном растворе (pH 8,5—9,0) окрашенного в желтый цвет комплексного соединения двухвалентной меди с диэтилдитиокарбаматом натрия, экстрагируемого хлороформом. Влияние никеля, хрома, молибдена, кобальта, марганца, железа устраняют добавлением лимоннокислого аммония и трилона Б.

Издание официальное

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями для измерения в видимой области спектра.

pH-метр.

Кислота хлористоводородная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125.

Кислота азотная, разбавленная (1:1).

Кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262.

Кислота серная, разбавленная (1:1).

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 или ГОСТ 24147.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 10 г/дм^3: растворяют 10 г трилона Б в 70—80 см^3 воды при нагревании, охлаждают, доливают до 1000 см^3 водой.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный по ГОСТ 8864.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный, раствор 1 г/дм^3; готовят непосредственно перед использованием.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный, раствор 5 г/дм^3; готовят непосредственно перед использованием.

Хлороформ.

Аммоний лимоннокислый двузамещенный, раствор 250 г/дм^3, очищенный от примесей тяжелых металлов экстракцией их комплексов с диэтилдитиокарбаматом натрия хлороформом. В делительную воронку вместимостью 500 см^3 помещают 250 см^3 раствора лимоннокислого аммония, добавляют раствор аммиака до pH 9,0 по универсальной индикаторной бумаге, 25 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 50 см^3 хлороформа и энергично встряхивают в течение 2 мин. Хлороформный слой отбрасывают.

Медь марки М00б или М00к по ГОСТ 859.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 1 г меди помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3, приливают 20—25 см^3 азотной кислоты (1:1), накрывают стакан часовым стеклом и растворяют навеску при нагревании. Добавляют 30 см^3 серной кислоты (1:1), выпаривают раствор до начала выделения паров серной кислоты, охлаждают, стенки стакана и часовое стекло обмывают водой и снова выпаривают до паров серной кислоты, охлаждают. Соли растворяют в 70—80 см^3 воды при нагревании, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б: 10 см^3 стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Универсальная индикаторная бумага, pH 1—10.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Приготовление испытуемого раствора

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Масса навески, г
От 0,005 до 0,02 включ.	1,0
Св. 0,02 » 0,05 »	0,5
» 0,05 » 0,10 »	0,25

Массу навески сплава 0,25—1 г в соответствии с таблицей 1 помещают в стакан (или колбу) вместимостью 250—300 см^3, приливают 30 см^3 смеси хлористоводородной и азотной кислот (3:1 или 8:1), 5 см^3 ортофосфорной кислоты, накрывают часовым стеклом и растворяют навеску при умеренном нагревании.

Приливают 15 см^3 серной кислоты (1:1) и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты, охлаждают.

Стенки стакана и часовое стекло обмывают водой и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. Соли растворяют в 50—60 см^3 воды при нагревании, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор отфильтровывают через сухой фильтр средней плотности в сухую коническую колбу вместимостью 100 см^3, отбрасывая первые порции фильтрата.

4.3.2 Спектрофотометрическая процедура анализа

Аликвотную часть раствора 10 см^3 помещают в стакан вместимостью 50—100 см^3, приливают 5 см^3 раствора лимоннокислого аммония, 10 см^3 раствора трилона Б, перемешивают и прибавляют

раствор аммиака до pH 8—9, контролируя pH на pH-метре или по универсальной индикаторной бумаге.

Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 150—200 см^3, доливают водой до 60—70 см^3, прибавляют 5 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 10 см^3 хлороформа и экстрагируют, энергично встряхивая воронку в течение 2 мин. Водному и хлороформному слоям дают отстояться и сливают хлороформный слой в сухую мерную колбу вместимостью 25 см^3, фильтруя его через сухую вату.

К оставшемуся в делительной воронке водному раствору добавляют 5 см^3 хлороформа и вновь экстрагируют в течение 2 мин. После отстаивания раствора хлороформный слой сливают в ту же колбу вместимостью 25 см^3, раствор доливают до метки хлороформом и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют сразу после экстракции на спектрофотометре при длине волны 435 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 420 до 450 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 2 см.

В качестве раствора сравнения используют хлороформ. Массу меди находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

4.3.3 Построение градуировочного графика

В шесть стаканов (или колб) вместимостью 250—300 см^3 помещают отмеренные количества стандартного раствора Б меди 0,00; 0,50; 1,00; 1,50; 2,00; 2,50 см^3, что соответствует 0; $0{,}5 \cdot 10^{-4}$; $1{,}0 \cdot 10^{-4}$; $1{,}5 \cdot 10^{-4}$; $2{,}0 \cdot 10^{-4}$; $2{,}5 \cdot 10^{-4}$ г меди.

Во все стаканы приливают по 30 см^3 смеси хлористоводородной и азотной кислот (3:1 или 8:1), 5 см^3 ортофосфорной кислоты, накрывают стаканы часовыми стеклами и далее поступают в соответствии с 4.3.1 и 4.3.3.

Из значения оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам меди строят градуировочный график.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю меди X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (1)$$

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

m_1 — масса навески сплава, г.

5 Атомно-абсорбционный метод определения меди (0,01 %—6,0 %)

5.1 Сущность метода

Метод основан на измерении при λ = 324,8 нм поглощения резонансного излучения свободными атомами меди, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламени воздух-ацетилен.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Лампа с полым катодом для определения меди.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Компрессор, обеспечивающий подачу сжатого воздуха или баллон со сжатым воздухом.

Кислота хлористоводородная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125.

Кислота азотная, разбавленная (1:1).

Кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262.

Кислота серная, разбавленная (1:1).

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота ортофосфорная, разбавленная (1:1).

Смесь хлористоводородной и азотной кислот: три части хлористоводородной кислоты смешивают с одной частью азотной кислоты.

Медь марки М00б и М00к по ГОСТ 859.

Никель марки Н-0 по ГОСТ 849.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 1 г меди растворяют при нагревании в 20—30 см^3 азотной кислоты (1:1). Раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б: 10 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Приготовление испытуемого раствора

Массу навески сплава 0,1—0,5 г в соответствии с таблицей 2 помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3, приливают 30 см^3 смеси хлористоводородной и азотной кислот, 6 см^3 серной кислоты (1:1) и 6 см^3 ортофосфорной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Масса навески, г	Разбавление основного раствора, см^3	Объем аликвотной части раствора, см3
От 0,01 до 0,05 включ.	0,5	100	—
Св. 0,05 » 0,5 »	0,2	100	—
» 0,5 » 1,0 »	0,1	100	—
» 1,0 » 3,0 »	0,1	100	20
» 3,0 » 6,0 »	0,1	100	10

Раствор выпаривают до паров серной кислоты и охлаждают. Соли растворяют при нагревании в 30—40 см^3 воды и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть раствора в соответствии с таблицей 1 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 5 см^3 серной кислоты (1:1), доливают до метки водой и перемешивают.

Для контрольного опыта в стакан вместимостью 250—300 см^3 приливают все реактивы, применяемые при анализе.

Допускается другое разбавление растворов таким образом, чтобы концентрация меди находилась в интервале, соответствующем прямолинейному участку градуировочного графика.

5.3.2 Подготовка прибора к измерению

Прибор готовят к работе в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

Настраивают спектрофотометр на резонансную линию 324,8 нм. После включения системы подачи газов и зажигания горелки распыляют воду и устанавливают прибор на нуль.

5.3.3 Спектрометрическая процедура анализа

Распыляют в пламя раствор контрольного опыта, а затем испытуемые растворы в порядке увеличения концентрации меди до получения стабильных показаний для каждого раствора.

Перед введением в пламя каждого испытуемого раствора распыляют воду для промывания системы и проверки нулевой точки.

Из среднего значения оптической плотности каждого из испытуемых растворов вычитают среднее значение оптической плотности контрольного опыта.

Массу меди находят по градуировочному графику.

5.3.4 Построение градуировочных графиков

5.3.4.1 Построение градуировочного графика при массовой доле меди от 0,01 % до 0,1 %

В семь стаканов вместимостью 250—300 см^3 помещают навески никеля в количестве, соответствующем массе навески сплава (таблица 2).

В шесть стаканов приливают последовательно 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см^3 стандартного раствора Б меди. Седьмой стакан служит для проведения контрольного опыта. Во все стаканы приливают по 30—40 см^3 смеси хлористоводородной и азотной кислот и далее поступают в соответствии с 5.3.1 и 5.3.3.

Из среднего значения оптической плотности испытуемого раствора вычитают среднее значение оптической плотности контрольного опыта.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам меди строят градуировочный график.

5.3.4.2 Построение градуировочного графика при массовой доле меди свыше 0,1 % до 6,0 %

В шесть стаканов вместимостью 250—300 см^3 помещают навески никеля в количестве, соответствующем массе навески сплава (таблица 2).

В пять стаканов приливают последовательно 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора Б меди. Шестой стакан служит для проведения контрольного опыта.

Во все стаканы приливают по 30—40 см^3 смеси хлористоводородной и азотной кислот и далее поступают в соответствии с 5.3.1 и 5.3.3.

Из среднего значения оптической плотности испытуемого раствора вычитают среднее значение оптической плотности контрольного опыта.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам меди строят градуировочный график.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю меди X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (2)$$

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

m_1 — масса навески сплава, г.

Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли меди приведены в таблице 3.

Таблица 3

Массовая доля меди, %	Погрешность результатов анализа	Допускаемое расхождение, %			
		двух средних результатов, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения
От 0,005 до 0,01 включ.	0,004	0,005	0,004	0,005	0,002
Св. 0,01 » 0,02 »	0,005	0,007	0,006	0,007	0,003
» 0,02 » 0,05 »	0,008	0,011	0,009	0,011	0,005
» 0,05 » 0,1 »	0,012	0,015	0,012	0,015	0,008
» 0,1 » 0,2 »	0,017	0,021	0,017	0,021	0,011
» 0,2 » 0,5 »	0,026	0,033	0,028	0,034	0,017
» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,02
» 1,0 » 2,0 »	0,05	0,07	0,06	0,07	0,03
» 2,0 » 5 »	0,08	0,11	0,09	0,11	0,06
» 5 » 6 »	0,12	0,15	0,12	0,15	0,08

УДК 669.245 : 546.77.006 : 006.354 МКС 77.100.20 В39 ОКСТУ 1700

Ключевые слова: сплавы жаропрочные, порошки жаропрочные, метод определения меди, точность, погрешность

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 21.04.2000. Подписано в печать 01.06.2000. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 257 экз. С 5226. Зак. 510.

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