МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения меди

Издание официальное

БЗ 11—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 105, Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.11—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Средства измерений и вспомогательные устройства. 2
5 Порядок проведения измерений 2
6 Обработка результатов измерений 3
7 Допустимая погрешность измерений 3
8 Требования к квалификации 3

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения меди

Sponge titanium.
Method for determination of copper

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения меди (при массовой доле меди от 0,0005 % до 0,2 %) в губчатом титане по ГОСТ 17746.

Метод основан на образовании комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия в аммиачной среде с последующим извлечением комплекса хлороформом и измерением оптической плотности экстракта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

ГОСТ 859—78 Медь. Марки

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 8864—71 Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия

ГОСТ 9656—75 Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 23780—96 Титан губчатый. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

3.2 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780.

3.3 Массовую долю меди определяют по двум навескам.

3.4 При построении градуировочного графика каждая градуировочная точка строится по среднему арифметическому результатов двух измерений.

Издание официальное

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

Спектрофометр типа СФ-46 или колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2, или аналогичный прибор.

pH-метр pH 121.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Трилон Б по ГОСТ 10652.

Вода бидистиллированная, приготовленная по ГОСТ 4517.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Медь марки М0 по ГОСТ 859.

Аммония цитрат (аммоний лимоннокислый) по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 300 г/дм^3.

Диэтилдитиокарбамат натрия 3-водный по ГОСТ 8864, раствор массовой концентрации 1 г/дм^3 (годен к применению 2—3 дня).

Этанол (спирт этиловый) по ГОСТ 18300.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 0,1 г меди (чистотой 99,95 %) растворяют в растворе азотной кислоты. Раствор кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; раствор годен к применению в течение 3 мес.

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

Раствор Б: 20 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г меди.

5 Порядок проведения измерений

5.1 Навеску массой 0,1—1,0 г помещают в кварцевый стакан вместимостью 100 см^3, приливают 25 см^3 раствора серной кислоты (1 : 1), по каплям добавляют 1-2 см^3 фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. После полного растворения навески добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски раствора и еще 2-3 капли ее избытка, раствор кипятят до удаления оксидов азота.

Раствор охлаждают, переносят в полиэтиленовый стакан вместимостью 200 см^3, добавляют 20 см^3 раствора цитрата аммония, 10 см^3 раствора трилона Б, после чего добавляют небольшими порциями аммиак водный до pH 8,5.

Раствор охлаждают до комнатной температуры и переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3. Приливают 10 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 10 см^3 хлороформа и встряхивают в течение 2 мин. Органический слой отделяют в мерную колбу вместимостью 25 см^3, повторяют экстракцию, добавляя каждый раз по 5 см^3 хлороформа. Объединенные экстракты в колбе доводят до метки хлороформом, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 440 нм и толщине поглощающего слоя 10 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу меди в пробе рассчитывают по градуировочному графику.

5.2 Для построения градуировочного графика в шесть из семи полиэтиленовых стаканов вместимостью 200 см^3 помещают 0,5; 1,0; 3,0; 5,0; 10,0; 20,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,000010; 0,000030; 0,000050; 0,000100; 0,000200 г меди. Раствор седьмого стакана является раствором контрольного опыта. Во все стаканы приливают 25 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и далее поступают, как указано в 5.1.

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

6 Обработка результатов измерений

Массовую долю меди X, %, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса меди в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;
m — масса навески, г.

7 Допустимая погрешность измерений

7.1 Расхождение между результатами измерений и результатами анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должно превышать допускаемых значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Впроцентах

Массовая доля меди	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел погрешности измерений Δ
От 0,00050 до 0,00200 включ.	0,00025	0,00030	0,00025
Св. 0,0020 » 0,0060 »	0,0006	0,0008	0,0006
» 0,0060 » 0,0200 »	0,0015	0,0020	0,0020
» 0,0200 » 0,0600 »	0,0030	0,0040	0,0030
» 0,060 » 0,200 »	0,010	0,010	0,008

7.2 Контроль точности результатов анализа проводят по стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор А.

8 Требования к квалификации

К выполнению анализа допускается химик-аналитик квалификации не ниже 4-го разряда.

УДК 669.295 : 546.56.06 : 006.354 МКС 77.120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: титан губчатый, определение меди, экстракционно-фотометрический метод

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 18.02.2000. Подписано в печать 21.03.2000. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,47.
Тираж 205 экз. С 4735. Зак. 248.

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