УДК 669.715 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ

Методы определения меди

Titanium alloys.
Methods for the determination of copper

ГОСТ
19863.14—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле от 0,01 до 0,4%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,01 до 5,0%) методы определения меди.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и борофтористоводородной кислот, образовании при pH 9 синего комплексного соединения меди с купризоном и измерении оптической плотности раствора при длине волны 595 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см^3 и раствор 2 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см^3 и раствор 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота борофтористоводородная: к 280 см^3 фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

борной кислоты и перемешивают. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 100 г/дм³ и 0,5 моль/дм³.

Аммоний лимоннокислый по ТУ 6-09-01-768, раствор 200 г/дм³.

Индикатор нейтральный красный, раствор 0,5 г/дм³.

Буферный раствор борнокислого натрия, pH 9; 13,45 г борной кислоты помещают в стакан вместимостью 500 см³, приливают 350 см³ воды и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают 65 см³ раствора гидроксида натрия 0,5 моль/дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300, раствор 1 : 1.

Бис-(циклогексанон)-оксалилдигидразон (купризон) по ТУ 6-09-14-1380, раствор 5 г/дм: 0,25 г купризона помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 40 см³ раствора этилового спирта, доливают раствором спирта до метки и перемешивают.

Медь по ГОСТ 859 марки М00.

Стандартные растворы меди

Раствор А: 0,5 г меди помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 25 см³ раствора азотной кислоты, растворяют сначала при комнатной температуре, затем нагревают до полного растворения навески и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г меди.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г меди.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы согласно табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ раствора соляной кислоты, 1,5 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Масса навески пробы, г
От 0,01 до 0,10 включ.	1
Св. 0,10 » 0,25 »	0,5
» 0,25 » 0,40 »	0,25

В раствор добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски, затем в избыток 2—3 капли, кипятят 2—3 мин, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.2. Аликвотную часть раствора 5 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 8 см³ раствора лимоннокислого аммония, добавляют одну каплю раствора нейтрального красного и из бюретки медленно, при перемешивании приливают раствор гидроксида натрия 100 г/дм³ до изменения окраски индикатора из красной в бледно-желтую и 1 см³ раствора гидроксида натрия в избыток. Приливают 5 см³ буферного раствора с pH 9, 1 см³ раствора купризона, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.3. Оптическую плотность раствора измеряют через 5 мин при длине волны 595 нм в кювете с толщиной фотометрируемого слоя 50 мм. Раствором сравнения служит вода.

Из оптической плотности раствора пробы вычитают оптическую плотность раствора контрольного опыта, который готовят по пп. 2.3.1 и 2.3.2 со всеми реактивами, используемыми в анализе.

Массовую долю меди рассчитывают по градуировочному графику.

2.3.4. *Построение градуировочного графика*

В семь из восьми мерных колб вместимостью по 50 см³ отмеряют 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000002; 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025; 0,00003 г меди, приливают по 8—10 см³ воды и продолжают по пп. 2.3.2 и 2.3.3. Раствором сравнения служит раствор, в который не введена медь.

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

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,030 включ.	0,005	0,007
Св. 0,030 » 0,100 »	0,007	0,012
» 0,100 » 0,250 »	0,015	0,025
» 0,250 » 0,400 »	0,025	0,035

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и борофтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции меди при длине волны 324,8 нм в пламени ацетилен — воздух.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для меди.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³, растворы 2 : 1 и 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см³ и раствор 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота борофтористоводородная: к 280 см³ фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Растворы титана

Раствор А, 20 г/дм³: 4 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 160 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 8 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют 2 см³ азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Б, 10 г/дм³: 1 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 80 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 4 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют двадцать капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят

в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Медь по ГОСТ 859 марки М0.

Стандартные растворы меди

Раствор А: 1 г меди растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты при умеренном нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г меди.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г меди.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой согласно табл. 3 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 1 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения пробы добавляют 5—10 капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью согласно табл. 3, добавляют раствор соляной кислоты 1 : 1 согласно табл. 3, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Массовая доля меди, %	Масса навески пробы, г	Вместимость мерной колбы, см³	Объем добавляемого раствора соляной кислоты 1 : 1, см³
От 0,01 до 0,1 включ.	0,5	100	2
Св. 0,1 » 5,0 »	0,25	250	5

3.3.2. При массовой доле меди свыше 1,0 до 5,0% аликвотную часть раствора, равную 20 см³, отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.3. Раствор контрольного опыта готовят по пп. 3.3.1, 3.3.2.

3.3.4. *Построение градуировочного графика*

3.3.4.1. При массовой доле меди от 0,01 до 0,1%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора титана А, в пять из них отмеряют 0,5; 1,5; 3,0; 4,5; 6,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,00015; 0,0003; 0,00045; 0,0006 г меди.

3.3.4.2. При массовой доле меди свыше 0,1 до 1,0%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 10 см³ раствора титана Б, в пять из них отмеряют 1,0; 2,5; 5,0; 7,5;

10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,00025; 0,0005; 0,00075; 0,001 г меди.

3.3.4.3. При массовой доле меди свыше 1,0 до 5,0%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 2 см³ раствора титана Б, в пять из них отмеряют 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,001 г меди.

3.3.4.4. К растворам в колбах, приготовленным по пп. 3.3.4.1, 3.3.4.2, 3.3.4.3, добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.5. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен — воздух (окислительное) и измеряют атомную абсорбцию меди при длине волны 324,8 нм.

По полученным значениям атомных абсорбций и соответствующим им массовым концентрациям меди строят градуировочный график в координатах «Значение атомного поглощения — Массовая концентрация меди, г/см³».

Массовую концентрацию меди в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю меди (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (2)$$

где C_1 — массовая концентрация меди в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — массовая концентрация меди в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески в растворе пробы или в соответствующей аликвотной части раствора пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,025 включ.	0,003	0,005
Св. 0,025 » 0,050 »	0,005	0,007
» 0,050 » 0,100 »	0,010	0,015

Продолжение табл. 4

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
Св. 0,100 до 0,250 включ.	0,015	0,020
» 0,250 » 0,500 »	0,025	0,030
» 0,50 » 1,00 »	0,05	0,07
» 1,00 » 2,50 »	0,10	0,15
» 2,50 » 5,00 »	0,15	0,20

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; **В. А. Мошкин**, канд. техн. наук; **Г. И. Фридман**, канд. техн. наук; **Л. А. Тенякова**; **М. Н. Горлова**, канд. хим. наук; **Л. В. Антоненко**; **О. Л. Скорская**, канд. хим. наук

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 5.05.91 № 626**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **Периодичность проверки — 5 лет**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 859—78	2.2; 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4328—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 9656—75	2.2; 3.2
ГОСТ 10484—78	2.2; 3.2
ГОСТ 17746—79	3.2
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 25086—87	1.1
ТУ 6-09-14-1380—77	2.2
ТУ 6-09-01-768—89	2.2

gost.e-ecolog.ru