УДК 669.55 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы определения меди

Zinc alloys. Methods for the determination of copper

ГОСТ 25284.2—82

(СТ СЭВ 2930—81)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1982 г. № 2159 срок действия установлен

с 01.01. 1983 г.
до 01.01. 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения меди в цинковых сплавах:

атомно-абсорбционный при массовой доле ее от 0,005 до 6%,

электрогравиметрический при массовой доле ее от 0,5 до 6%,

фотометрический при массовой доле ее от 0,005 до 0,2%.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2930—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25284.2—82.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением раствора перекиси водорода и измерении атомной абсорбции меди в пламени ацетилен—воздух при длине волны 324,7 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для меди.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, растворы 1 : 1 и 2 н.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 1 : 1.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Медь металлическая по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 0,5000 г меди растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты, удаляют кипячением окислы азота, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг меди.

Раствор Б: 25 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 25 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг меди.

Раствор В: 25 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,025 мг меди.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 5 г помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1. После растворения пробы добавляют 5 см³ раствора перекиси водорода и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. При массовой доле меди свыше 0,15% отбирают часть раствора в соответствующую мерную колбу согласно табл. 1, добавляют 2 н. раствор соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Объем аликвотной части раствора, см³	Объем 2 н. раствора соляной кислоты, см³	Объем мерной колбы, см³
От 0,005 до 0,15	Весь	—	500
Св. 0,15 „ 1,5	10	10	100
„ 1,5 „ 6	5	25	250

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

2.3.2. Для построения градуировочного графика в одиннадцать из двенадцати мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят: 1,0; 2,0; 4,0 и 8,0 см³ стандартного раствора В и 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0 и 16 см³ стандартного раствора Б. Во все колбы добавляют по 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки

и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию меди в пламени ацетилен—воздух при длине волны 324,7 нм непосредственно перед и после измерения абсорбции меди в растворе пробы. По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им содержаниям меди строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

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

где C_1 — концентрация меди в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

C_2 — концентрация меди в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,010	0,001
Св. 0,010 „ 0,025	0,002
„ 0,025 „ 0,05	0,003
„ 0,05 „ 0,1	0,005
„ 0,1 „ 0,3	0,01
„ 0,3 „ 1	0,02
„ 1 „ 3	0,05
„ 3 „ 6	0,1

3. ЭЛЕКТРОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и электролитическом выделении меди из раствора азотной и серной кислот.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для электролиза с двумя платиновыми электродами.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и раствор 1 : 1, из которого удаляют окислы азота кипячением.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор 1 : 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Гидразин сернокислый или мочевина по ГОСТ 6691—77.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

3.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 5 г помещают в стакан вместимостью 600 см^3, добавляют 20 см^3 воды, накрывают часовым стеклом и осторожно, небольшими порциями, добавляют 20 см^3 азотной кислоты. После растворения удаляют окислы азота кипячением, раствор доливают водой до объема 200 см^3 и нейтрализуют аммиаком до появления постоянного осадка. Добавляют 5 см^3 раствора азотной кислоты, 4 см^3 раствора серной кислоты, доливают водой до объема 300 см^3 и охлаждают до комнатной температуры.

Перед электролизом катод ополаскивают водой, погружают в этиловый спирт и сушат 3—5 мин при температуре 105°С, после чего охлаждают и взвешивают.

В раствор погружают электроды, стакан накрывают двумя половинами часового стекла и проводят электролиз при плотности тока 2 А/дм^2 при осторожном перемешивании раствора. По истечении 30 мин добавляют 0,25 г сернокислого гидразина или мочевины и продолжают электролиз. После обесцвечивания раствора контролируют полноту выделения меди, погружая катод на 5 мм глубже и наблюдая за погруженным участком катода. Если за 10 мин осадок меди на нем не выделяется, электролиз считается законченным, в противном случае его ведут еще несколько минут и вновь контролируют полноту выделения меди. После окончания электролиза уменьшают плотность тока до 0,5 А/дм^2, быстро удаляют стакан с электролитом, катод ополаскивают водой, выключают ток, катод разъединяют и ополаскивают этиловым спиртом. Катод сушат 3—5 мин при температуре 105°С и после охлаждения в эксикаторе взвешивают.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \cdot 100,$$

где m_2 — масса катода с выделенной медью, г;

m_1 — масса катода, г;

m — масса навески пробы, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением раствора перекиси водорода и фотометрическом определении содержания меди с купризоном в аммиачной среде при длине волны 600 нм.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1 : 1.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний лимоннокислый по ГОСТ 9264—79, 1%-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, 50%-ный раствор.

Бис-циклогексано-оксалил-дигидразид (купризон), раствор: 0,5 г купризона растворяют в 20 см^3 горячего раствора этилового спирта, доливают раствором этилового спирта до объема 100 см^3 и перемешивают.

Медь металлическая по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 0,5000 г меди растворяют в 20 см^3 соляной кислоты с добавлением 5 см^3 раствора перекиси водорода. Разлагают кипячением избыток перекиси водорода, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг меди.

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

1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг меди.

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

1 см^3 раствора В содержит 0,01 мг меди.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску пробы массой 5 г помещают в стакан вместимостью 600 см^3 и растворяют в 50 см^3 раствора соляной кислоты. После растворения добавляют 5 см^3 раствора перекиси водорода и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. 10 см^3 раствора переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют по каплям аммиак до появления осадка, который затем растворяют, добавляя 1—2 капли соляной кислоты. Добавляют 5 см^3 раствора лимоннокислого аммония и аммиак до получения pH 9, охлаждают и добавляют 5 см^3 раствора купризона. Спустя 10 мин, доливают раствор водой до метки, перемешивают

и, спустя 60 мин, измеряют светопоглощение раствора при длине волны 600 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

4.3.2. Для построения градуировочного графика в семь из восьми мерных колб вместимостью по 50 см³ вводят: 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см³ стандартного раствора В и 1,5 и 2,0 см³ стандартного раствора Б. В каждую колбу добавляют по 5 см³ раствора лимоннокислого аммония и далее поступают как указано в п. 4.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий меди. По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им содержаниям меди строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю меди (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

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

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Изменение № 1 ГОСТ 25284.2—82 Сплавы цинковые. Методы определения меди

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.06.87 № 2795

Дата введения 01.03.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить слова: «2 н. раствора» на «раствора моль/дм^3».

(Продолжение см. с. 164)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25284.2—82)

Пункт 1.1. Заменить значение и ссылку: 2 н. на 2 моль/дм^3, ГОСТ 25284.2—82 на ГОСТ 25284.0—82.

Пункт 2.4.1. Экспликация к формуле. Заменить слова: «V — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, см^3» на «V — объем раствора пробы, см^3».

Пункт 4.2. Десятый абзац после слов «избыток перекиси водорода» дополнить словами: «до прекращения выделения пузырьков кислорода».

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru