ГОСТ 25284.2—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

Издание официальное

БЗ 7—97

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Донецким государственным институтом цветных металлов (ДонИЦМ); Межгосударственным техническим комитетом МТК 107

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 МГС от 26 апреля 1995 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 2 июня 1997 г. № 204 межгосударственный стандарт ГОСТ 25284.2—95 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1998 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 25284.2—82

© ИПК Издательство стандартов, 1997

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы определения меди

Zinc alloys.
Methods for determination of copper

Дата введения 1998—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на цинковые сплавы и устанавливает атомно-абсорбционный (при массовой доле меди от 0,005 до 8 %), йодометрический и электрогравиметрический (при массовой доле меди от 0,5 до 6 %) методы определения меди в пробах этих сплавов.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. 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 4232—74 Калий йодистый. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 6691—77 Карбамид. Технические условия
ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия
ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 25284.0—95 Сплавы цинковые. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 27068—86 Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25284.0.

4 АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции меди при длине волны 324,7 нм в пламени ацетилен-воздух.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 1:1 и 2 моль/дм^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 1:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Медь металлическая по ГОСТ 859.

Стандартные растворы меди

Раствор А: 0,5 г меди растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты, удаляют кипячением оксиды азота, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б: 25 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 25 см^3 раствора (2 моль/дм^3) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

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

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 200 см^3 и растворяют в 10 см^3 раствора соляной кислоты (1:1). После растворения пробы добавляют 1 см^3 пероксида водорода и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. При массовой доле меди свыше 0,1 % отбирают аликвотную часть раствора в соответствии с таблицей 1, добавляют 20 см^3 раствора (2 моль/дм^3) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.2 Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см^3 каждая вводят 0,5; 2,0; 4,0;

6,0; 8,0 и 10,0 см³ раствора Б. Во все колбы добавляют по 10 см³ раствора (2 моль/дм³) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор, в который не добавлен стандартный раствор Б, служит раствором контрольного опыта.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Объем аликвотной части раствора, см³	Масса навески в аликвотной части раствора пробы, г	Вместимость мерной колбы, см3
От 0,005 до 0,1 включ.	Весь	1	100
Св. 0,1 » 2 »	10	0,1	200
» 2 » 8 »	2	0,02	200

4.3.3 Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию при длине волны 324,7 нм. По полученным значениям атомной абсорбции меди в растворах для построения градуировочного графика и соответствующим им значениям массовой концентрации строят градуировочный график.

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

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю меди X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V}{m} \cdot 100 , \qquad (1)$$

где c_1 — массовая концентрация меди в растворе пробы, г/см³;

c_2 — массовая концентрация меди в растворе контрольного опыта, г/см³;

V — объем раствора пробы, подготовленный для измерения атомной абсорбции, см³;

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

4.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Массовая доля меди	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений меди	результатов анализа меди
От 0,005 до 0,010 включ.	0,0010	0,0020
Св. 0,01 » 0,03 »	0,0020	0,004
» 0,03 » 0,06 »	0,003	0,006
» 0,06 » 0,15 »	0,005	0,010
» 0,15 » 0,5 »	0,010	0,020
» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,08
» 1,0 » 3,0 »	0,06	0,12
» 3,0 » 8 »	0,12	0,24

5 ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

5.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте, реакции окисления-восстановления двухвалентных ионов меди и йодида калия. Выделившийся при этом свободный йод титруют в присутствии крахмала раствором тиосульфата натрия, который восстанавливает его до йодидионов. Мешающее действие оксида азота устраняют мочевиной.

5.2 Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Калия йодид по ГОСТ 4232, раствор 200 г/дм^3.

Мочевина по ГОСТ 6691, насыщенный раствор: 100 г мочевины растворяют в 100 см^3 горячей воды.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор 10 г/дм^3, свежеприготовленный: 1 г крахмала размешивают в небольшом количестве воды и полученную суспензию медленно вливают в 100 см^3 кипящей воды. Кипятят до просветления раствора, охлаждают.

Медь металлическая по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди

Навеску меди массой 1 г растворяют в 20 см^3 раствора азотной кислоты (1:1), переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,002 г меди.

Натрия карбонат по ГОСТ 83.

Натрия тиосульфат 5-водный по ГОСТ 27068, раствор 0,1 моль/дм³: 24,8 г тиосульфата натрия 5-водного растворяют в воде, добавляют 3 г безводного карбоната натрия для устойчивости раствора, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор выдерживают в течение двух недель в темном месте, после чего устанавливают массовую концентрацию раствора. Хранят в посуде из темного стекла.

Для установления массовой концентрации тиосульфата натрия 25 см³ стандартного раствора меди помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают и далее поступают, как указано в 5.3.

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия по меди T рассчитывают по формуле

$$T = \frac{m}{V}, \qquad (2)$$

где m — масса меди в аликвотной части стандартного раствора меди (т.е. в 25 см³), г;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, см³.

5.2.1 Допускается устанавливать массовую концентрацию по стандартному образцу цинкового сплава. В этом случае в коническую колбу помещают навеску стандартного образца массой 2 г и растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты (1:1) сначала на холоде, а затем при нагревании, далее поступают, как указано в 5.3.

5.3 Проведение анализа

Навеску сплава массой 2 г (для сплавов с массовой долей меди не более 2 %) и 1 г (для сплавов с массовой долей меди свыше 2 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты (1:1) сначала на холоде, а затем при нагревании. После окончания растворения удаляют оксиды азота кипячением, прибавляют 1 см³ раствора мочевины для связывания остаточных оксидов азота, стенки колбы обмывают водой, добавляют 80—100 см³ воды, 20 см³ раствора йодида калия, выдерживают 3—5 мин, титруют раствором тиосульфата натрия до соломенно-желтого цвета, добавляют 5 см³ крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора. Раствор тиосульфата натрия в конце титрования добавляют по каплям, тщательно перемешивая содержимое колбы после добавления каждой капли.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю меди X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T}{m} \cdot 100 , \qquad (3)$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, см^3;

T — массовая концентрация раствора тиосульфата натрия, выраженная в граммах меди на 1 см^3 раствора, г/см^3;

m — масса навески пробы, г.

5.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 2.

6 ЭЛЕКТРОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

6.1 Сущность метода

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

6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для электролиза.

Мешалка (механическая или магнитная) или вращающийся анод.

Электроды сетчатые платиновые или из упрочненной платиновой лигатуры с металлами той же группы.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:99.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Этанол ректификованный технический по ГОСТ 18300.

6.3 Проведение анализа

Навеску сплава массой 5 г помещают в стакан вместимостью 400—600 см^3, добавляют 20 см^3 воды. Накрывают часовым стеклом и осторожно небольшими порциями добавляют 20 см^3 азотной кислоты.

При бурной реакции растворения стакан с пробой охлаждают водой. После окончания процесса растворения снимают часовое стекло, ополоснув его и стенки стакана водой, затем удаляют оксиды азота кипячением и доливают до 200 см^3 водой. К раствору при постоянном перемешивании добавляют по каплям аммиак до появления мути из-за образования гидроксида алюминия, добавляют 2 см^3 азотной кислоты, 4 см^3 раствора серной кислоты и доливают водой до 300 см^3. Предварительно взвешивают катод, очищенный в азотной кислоте, промытый в этаноле и высушенный при температуре 105—110 °С в течение 3—5 мин. Вставляют электроды в электролизер, устанавливают стакан с раствором в нужное положение и

доливают водой до полного погружения электродов. Накрывают соответствующей разъемной крышкой или двумя половинками часового стекла и проводят электролиз при плотности тока 2 А/дм^2 и перемешивании раствора. Через 30 мин промывают крышку и стенки стакана струей воды и продолжают электролиз до тех пор, пока не закончится осаждение меди, о чем свидетельствует отсутствие осадка на свежепогруженной поверхности катода. Уменьшают плотность тока до 0,5 А/дм^2 и промывают электроды, погружая их сначала в стакан с раствором азотной кислоты (1:99), а затем с водой. Не выключая тока, извлекают катод из раствора, ополаскивают водой и после отключения тока промывают этанолом. Катод высушивают в течение 5—10 мин при температуре 105—110 °С, охлаждают и взвешивают.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю меди X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m} \cdot 100 , \qquad (4)$$

где m — масса навески, г;

m_1 — масса катода, г;

m_2 — масса катода с выделившейся медью, г.

6.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 2.

УДК 669.55:543.06:006.354 МКС 71.040.40 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: цинковые сплавы, медь, атомно-абсорбционный метод, длина волны, йодометрический метод, электрогравиметрический метод

Редактор *Л.И.Нахимова*
Технический редактор *В.Н.Прусакова*
Корректор *Т.И.Кононенко*
Компьютерная верстка *А.Н Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.09.97. Подписано в печать 12 11.97.
Усл.печ.л. 0,70 Уч.-изд.л. 0,50. Тираж 318 экз. С 1006. Зак. 732

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru