ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ СБОРНИК

кабели, провода, шнуры электрические

и вспомогательные материалы

часть 2

gost.e-ecolog.ru

СССР ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

Кабели, провода, шнуры электрические и вспомогательные материалы

Часть 2

ИЗДАНИЕ ОФИЦИАЛЬНОЕ

ИЗДАТЕЛЬСТВО КОМИТЕТА СТАНДАРТОВ, МЕР
И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ПРИБОРОВ
ПРИ СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СОЮЗА ССР
Москва 1968

УДК 621.315.2/.3

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Кабели, провода, шнуры электрические и вспомогательные материалы» часть II содержит стандарты, утвержденные до 1 января 1968 г.

В стандарты внесены все изменения, принятые до указанного срока. Около номера стандарта, в который внесено изменение, стоит знак*.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в выпускаемом ежемесячно «Информационном указателе стандартов».

Издание официальное

СССР — Управление по стандартизации при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 635—52
	МЕДЬ Методы анализа	Взамен ГОСТ 635—41
		Группа В59

Настоящий стандарт распространяется на арбитражные и ускоренные методы анализа меди.

Определения меди, никеля, железа, свинца, серы, сурьмы, висмута, мышьяка, фосфора, цинка и олова должны производиться методами химического анализа. Определение кислорода должно производиться металлографическим методом в литой и деформированной меди путем сравнения структуры медных образцов под микроскопом при увеличении в 200 раз с эталонными микрофотографиями.

А. МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

I. Общие указания

1. Во всех случаях проведения анализа и приготовления растворов должна применяться дистиллированная вода.

2. Выражение «разбавленный 1:1, 1:5, 1:10 и т. д.» подразумевает объемные части (первые цифры в приведенных примерах) кислоты или какого-либо раствора на 1, 5, 10 и т. д. (вторые цифры примеров) объемные части воды.

3. Для анализа применяют среднюю тщательно перемешанную пробу меди, взятую в виде стружки, которую предварительно обрабатывают магнитом.

4. Отсутствие в описаниях хода анализа указания на разбавление кислот подразумевает применение неразбавленных кислот той концентрации, которая предусмотрена соответствующим стандартом.

5. Реактивы, не имеющие утвержденных стандартов, должны применяться «химически чистые» или «чистые для анализа».

6. При химическом анализе меди должны применяться следующие реактивы:

Аммиак водный «ч. д. а.», по ГОСТ 3760—64;

Внесен Министерством цветной металлургии	Утвержден Управлением по стандартизации 17/X 1952 г.	Срок введения 1/III 1953 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

Аммоний азотнокислый «х. ч.», по ГОСТ 3761—65;
Аммоний молибденовокислый «ч. д. а.», по ГОСТ 3765—64;
Аммоний сернокислый «ч. д. а.», по ГОСТ 3769—60;
Аммоний роданистый «ч. д. а.», по ГОСТ 3768—64;
Аммоний углекислый «х. ч.», по ГОСТ 3770—64;
Аммоний уксуснокислый «ч. д. а.», по ГОСТ 3117—51;
Аммоний хлористый «ч. д. а.», по ГОСТ 3773—60;
Висмут металлический;
Диметилглиоксим «ч. д. а.», по ГОСТ 5828—67;
Железо азотнокислое «ч. д. а.», по ГОСТ 4111—65;
Железо металлическое «х. ч.» или «ч. д. а»;
Железо хлорное «ч. д. а.», по ГОСТ 4147—65;
Йод металлический «ч. д. а.», по ГОСТ 4159—64;
Калий азотнокислый «ч. д. а.», по ГОСТ 4217—65;
Калий йодистый «ч. д. а.», по ГОСТ 4232—65;
Калий кислый сернокислый «х. ч.», по ГОСТ 4223—65;
Калий марганцовокислый «х. ч.», по ГОСТ 4527—65;
Калий-натрий виннокислый «ч. д. а.», по ГОСТ 5845—51;
Калий роданистый «х. ч.», или «ч. д. а.», по ГОСТ 4139—65;
Калий сурьмяновиннокислый (рвотный камень);
Калий фосфорноватистокислый «ч. д. а.»;
Кальций фосфорноватистокислый «ч. д. а.»;
Квасцы алюмоаммонийные «ч. д. а.», по ГОСТ 4238—48;
Квасцы алюмокалиевые «ч. д. а.», по ГОСТ 4329—66;
Квасцы железоаммонийные «х. ч.», по ГОСТ 4205—48;
Крахмал растворимый;
Кислота азотная крепкая «х. ч.», по ГОСТ 4461—67;
Кислота винная «ч. д. а.», по ГОСТ 5817—55;
Кислота лимонная «ч. д. а.», по ГОСТ 3652—51;
Кислота серная крепкая (уд. в. 1,8300—1,8350) «х. ч.», по ГОСТ 4204—66;
Кислота соляная крепкая (уд. в. 1,174—1,1885) «х. ч.», по ГОСТ 3118—67;
Кислота уксусная «х. ч.», по ГОСТ 61—51;
Кислота щавелевая «х. ч.», по ГОСТ 5873—51;
Клей столярный;
Марганец сернокислый «ч. д. а.», по ГОСТ 435—67;
Медь сернокислая «х. ч.», по ГОСТ 4165—48;
Медь марки М0 и М1, по ГОСТ 859—66;
Мышьяковистый ангидрид «ч. д. а.»;
Натр едкий «х. ч.», по ГОСТ 4328—66;
Натрий двууглекислый «х. ч.», по ГОСТ 4201—66;
Натрий сернистый (натрий сульфид) «ч. д. а.», по ГОСТ 2053—66;
Натрий сернистокислый (натрий сульфит) кристаллический «ч. д. а.», по ГОСТ 429—66;

Натрий углекислый безводный или кристаллический «х. ч.», по ГОСТ 83—63 и ГОСТ 84—66;

Натрий фосфорноватистокислый «ч. д. а.» (натрий гипофосфит) по ГОСТ 200—66;

Никель металлический марки Н-0, по ГОСТ 849—56;

Окись железа «ч. д а.», по ГОСТ 4173—66;

Олово двухлористое «ч. д. а.», по ГОСТ 36—40;

Перекись натрия;

Ртуть металлическая не ниже марки Р2, по ГОСТ 4658—49;

Ртуть хлористая «ч. д. а.», по ГОСТ 3203—46;

Ртуть хлорная (сулема) «ч. д. а.», по ГОСТ 4519—48;

Свинец металлический марки С0, по ГОСТ 3778—65;

Свинец уксуснокислый «ч. д. а.», по ГОСТ 1027—51;

Спирт изоамиловый «ч. д. а.», по ГОСТ 5830—51;

Сурьма марки Су1, по ГОСТ 1089—62;

Тиомочевина по ГОСТ 6344—52;

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51;

Цинк металлический марки Ц0, по ГОСТ 3640—65.

II. Определение меди

7. Применяемые реактивы и растворы:

а) Аммиак водный (25%-ный раствор и разбавленный 1:1).

б) Аммоний азотнокислый.

в) Аммоний роданистый, 30%-ный раствор.

г) Кислота азотная (крепкая и разбавленная 1:1 и 1:4).

д) Кислота лимонная, 50%-ный раствор.

е) Кислота серная (разбавленная 1:1).

ж) Пиридин.

з) Хлороформ (или четыреххлористый углерод).

и) Типовой раствор меди, содержащий в 1 *мл* 0,0001 *г* меди. 0,1 *г* меди (марки М0) растворяют в 10 *мл* азотной кислоты (разбавленной 1:1), кипятят до удаления окислов азота, после чего раствор переносят в мерную колбу емкостью 1 *л*, разбавляют водой до метки и перемешивают.

8. Ход анализа меди марок М0, М1, М2 и М3.

Отвешивают (с точностью до 0,0002 *г*) 3 *г* меди марок М0 и М1 и 2 *г* марок М2 и М3. На ту же чашку весов, где находится навеска, ставят катод, предназначенный для электролиза, и устанавливают общий вес катода и навески меди с точностью до 0,0002 *г*. По окончании электролиза катод с осадком меди взвешивают теми же разновесами.

Разность между первым и вторым взвешиванием представляет сумму содержащихся в пробе примесей, не осаждаемых электролизом на катоде. Для вычисления процентного содержания меди эту сумму примесей выражают в процентах и отнимают от 100.

Пример расчета

Общий вес катода и навески перед электролизом . . .	17,4883 *г*
Общий вес катода и осадка меди после электролиза . .	17,4856 »
разность . .	0,0027 *г*
Процентное содержание примесей . . .	0,09
Процентное содержание меди	99,91

Примечание. Осадок меди содержит серебро.

Взятую навеску меди растворяют в прикрытом часовым стеклом стакане емкостью 300 *мл* в 30 *мл* (навеска 3 *г*) или 20 *мл* (навеска 2 *г*) азотной кислоты (разбавленной 1:1).

Растворение производят сначала на холоду, а затем при осторожном подогревании слабо кипятят раствор до полного растворения навески и удаления окислов азота.

По окончании растворения обмывают покровное стекло и стенки стакана водой, разбавляют раствор до объема 140—150 *мл*, добавляют 3 *г* азотнокислого аммония и 5—6 *мл* серной кислоты (разбавленной 1:1) и, прикрыв стакан половинками часового стекла, подвергают электролизу.

Электролиз ведут с помощью платиновых электродов при силе тока 2,5—3 *а* и напряжении 2,5—3 *в* и при осторожном перемешивании электролита.

При выделении главной массы меди (обесцвечивании раствора) обмывают водой из промывалки половинки часового стекла и стенки стакана и продолжают электролиз еще в течение 20 *мин*, проверяя полноту осаждения повторным добавлением воды. Если спустя 10—15 *мин* после добавления воды на свежепогруженной части катода медь не выделится, электролиз заканчивают. Не выключая тока, опускают стакан с раствором и быстро подставляют вместо него поочередно два стакана с водой. Промытые электроды освобождают из зажимов, катод промывают спиртом, высушивают при 100°С и по охлаждении взвешивают, как указано выше.

Раствор после выделения меди электролизом выпаривают до выделения паров серного ангидрида.

По охлаждении приливают 10—25 *мл* воды и кипятят до растворения солей, затем раствор переносят в мерную колбу емкостью 50 *мл*, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Отбирают пипеткой 5—10 *мл* раствора в зависимости от количества оставшейся после электролиза меди и переносят в маленький стаканчик (емкость 30—40 *мл*). Отмеренные 10 *мл* выпаривают до 5 *мл*.

К раствору прибавляют 1 *мл* раствора лимонной кислоты, каплю фенолфталеина и аммиака (разбавленного 1:1) до щелочной реакции, а затем подкисляют раствором лимонной кислоты до кислой реакции и прибавляют избыток его в 1 *мл*.

Раствор переносят в цилиндр для колориметрирования емкостью 30 *мл*, прибавляют 0,5 *мл* раствора роданистого аммония,

0,5 *мл* пиридина, перемешивая после прибавления каждого реактива. Затем прибавляют 3 *мл* хлороформа (или четыреххлористого углерода) и раствор снова несколько раз перемешивают (не взбалтывать). В случае, если окраска органического слоя слишком интенсивна для колориметрирования, прибавляют еще 3—5 *мл* органического растворителя.

В другой стаканчик прибавляют 5 *мл* воды, 5 капель серной кислоты (разбавленной 1:1) и далее прибавляют все те же реактивы в тех же количествах и в той же последовательности, как и в испытуемый раствор. Раствор переносят в цилиндр для колориметрирования, равный по емкости и диаметру цилиндру, в котором находится испытуемый раствор, и прибавляют из микробюретки типовой раствор меди до тех пор пока окраска эталона не сравняется с окраской испытуемого раствора. Перемешивают после прибавления каждой порции типового раствора.

Количество меди в граммах (Cu) вычисляют по формуле

$$Cu = \frac{v \cdot 0{,}0001 \cdot v_1}{v_2},$$

где v — количество типового раствора, пошедшее на колориметрическое титрование, в *мл*;

v_1 — емкость мерной колбы, в которую был переведен испытуемый раствор, в *мл;*

v_2 — количество испытуемого раствора, отмеренное для колориметрирования, в *мл*.

Найденное количество меди прибавляют к меди, полученной электролизом.

9. Ход анализа меди марки М4.

Исходная навеска 2 *г*. Растворение навески и выделение меди электролизом производят так же, как и при анализе меди более чистых марок. Ввиду того, что при высоком содержании примесей осадок меди может быть загрязнен, производят переосаживание меди электролизом.

Катод с осадком меди после промывания водой переносят в узкий стакан емкостью 150 *мл,* в который наливают 70 *мл* азотной кислоты (разбавленной 1:4). Стакан прикрывают стеклом и слабо подогревают до полного растворения осадка меди. Электрод вынимают, обмывают над стаканом емкостью 300 *мл* водой из промывалки, раствор осторожно кипятят до удаления окислов азота и количественно переводят в тот стакан емкостью 300 *мл*, над которым производилось обмывание катода. К раствору добавляют 4 *мл* раствора аммиака, 5 *мл* серной кислоты (разбавленной 1:1) и воды до объема 140—150 *мл*.

По охлаждении из раствора выделяют медь электролизом так же, как и при анализе меди более чистых марок. Катод с осадком меди промывают, высушивают и взвешивают.

Максимально допустимое расхождение между результатами анализа:

при анализе меди марок М0 и М1	0,02%
» » » » М2 » М3	0,03%
» » » марки М4	0,06%

III. Определение никеля

Определение никеля в меди марок М0 и М1

10. Применяемые реактивы и растворы:

а) Кислота азотная (разбавленная 1:1 и 1:2).

б) Кислота серная (разбавленная 1:1).

в) Аммиак водный, 25%-ный раствор.

г) Натр едкий, 5%-ный раствор.

д) Аммоний надсернокислый, 3%-ный раствор.

е) Диметилглиоксим, 1%-ный раствор в 5%-ном растворе едкого натра.

ж) Калий-натрий виннокислый (сегнетова соль) 20%ный раствор.

з) Типовой раствор никеля, содержащий 0,1 *мг* никеля в 1 *мл*. 0,1 *г* никеля (марки Н-1, Н-2 или Н-3 по ГОСТ 849—56), взятого с точностью до 0,0002 *г*, растворяют в 10 *мл* азотной кислоты (разбавленной 1:2). По растворении навески прибавляют 10 *мл* серной кислоты (разбавленной 1:1) и выпаривают до выделения паров серного ангидрида. По охлаждении приливают 50—60 *мл* воды, нагревают до растворения соли и переносят в мерную колбу емкостью 1 *л*, разбавляют водой до метки и перемешивают.

11. Ход анализа.

3 *г* меди, взятой с точностью до 0,001 *г*, переносят в стакан емкостью 250—300 *мл* и растворяют в 25 *мл* азотной кислоты (разбавленной 1:1). Раствор слабо кипятят до полного растворения навески и удаления окислов азота. Затем раствор разбавляют водой до 140—150 *мл*, прибавляют 4—5 *мл* серной кислоты (разбавленной 1:1) и выделяют медь электролизом, как при определении меди.

Электролит после выделения меди выпаривают до выделения паров серного ангидрида. По охлаждении приливают 50 *мл* воды, нагревают до полного растворения солей и пропускают ток сероводорода в течение 8—10 *мин*.

Отфильтровывают осадок сульфидов (остатки меди, свинца и др.) и промывают 5—6 раз водой, насыщенной сероводородом и содержащей 2—3% сернокислого аммония.

Фильтрат нагревают до удаления запаха сероводорода, прибавляют 1—2 *мл* крепкой азотной кислоты (для окисления железа) и затем выпаривают до полного удаления серной кислоты. При этом удаляются почти полностью аммонийные соли, которые в дальнейшем мешают образованию окраски диметилглиоксима никеля.

К сухому остатку приливают 0,5 *мл* серной кислоты (разбавленной 1:1) и 10 *мл* воды, обмывают этим количеством воды стенки стакана и кипятят до полного растворения солей (1—2 *мин*).

Затем приливают еще 10—15 *мл* воды, прибавляют 10 *мл* 20%-ного раствора сегнетовой соли, 10 *мл* 5%-ного раствора едкого натра, 10 *мл* 3%-ного раствора надсернокислого аммония и 10 *мл* 1%-ного раствора диметилглиоксима в 5%-ном растворе едкого натра, перемешивая после прибавления каждого раствора.

Спустя 2—3 *мин* после прибавления раствора диметилглиоксима, раствор переносят в цилиндр для колориметрирования емкостью 100 *мл*, разбавляют водой до метки и оставляют стоять 10 *мин*.

Процентное содержание никеля в пробе можно устанавливать: 1) визуально, путем сравнения окрашенного испытуемого раствора со шкалой эталонов и 2) измерением светопоглощения на фотоэлектроколориметре с применением зелоного светофильтра (540 *ммк*).

Для визуального колориметрирования шкалу эталонов приготовляют одновременно с анализом пробы следующим образом: в цилиндры, равные по емкости и диаметру с цилиндром, в котором находится испытуемый раствор, отмеривают из микробюретки типовой раствор никеля от 0,3 до 1,0 *мл* с интервалом в 0,1 *мл*, разбавляют водой до 20 *мл* и приливают те же реактивы, в тех же количествах и в той же последовательности, как и в испытуемый раствор. Затем разбавляют водой до метки и перемешивают.

Для фотоэлектроколориметрического определения никеля шкалу эталонов готовят так же, как и при визуальном колориметрировании. Измерением светопоглощения эталонных растворов строят градуировочную кривую, откладывая на оси абсцисс концентрацию никеля в миллиграммах, а на оси ординат показания прибора.

По полученной градуировочной кривой находят содержание никеля в испытуемой пробе. Максимально допустимое расхождение между результатами анализа 0,0005%.

Определение никеля в меди марок М2, М3 и М4

12. Применяемые реактивы:

а) Аммиак водный, 25%-ный раствор.

б) Аммоний сернокислый.

в) Диметилглиоксим, 1%-ный спиртовый раствор.

г) Кислота азотная (крепкая и разбавленная 1:1).

д) Кислота серная (разбавленная 1:1).

е) Кислота лимонная или винная, 10%-ный раствор.

13. Ход анализа.

Определение никеля производят из навески в 2 *г* (взятой с точностью до 0,01 *г*), растворяя ее в азотной кислоте и выделяя из раствора медь электролизом, так же как и при определении меди.

Примечание. Для анализа может быть использован раствор, получающийся после определения меди.

Освобожденный от меди раствор в объеме 150—200 *мл* кипятят 10 *мин,* охлаждают до 60° С и по добавлении 10 *мл* раствора лимонной (винной) кислоты нейтрализуют аммиаком до слабощелочной реакции (по лакмусу). Раствор подкисляют затем несколькими каплями разбавленной азотной кислоты и нагревают почти до кипения.

Примечание. Раствор должен быть совершенно прозрачным, в противном случае его фильтруют.

К слабокислому раствору приливают 10 *мл* раствора диметилглиоксима и небольшой избыток аммиака, добавляют около 2 *г* сернокислого аммония и пробу выдерживают на бане 15 *мин* при температуре 70—80°С. Выделившийся осадок диметилглиоксима никеля отфильтровывают через предварительно высушенный и взвешенный стеклянный фильтрующий тигель № 3 и промывают горячей водой, содержащей 5 *мл* аммиака в литре. Тигель с осадком высушивают при температуре 110—120°С до постоянного веса и по охлаждении в эксикаторе взвешивают. Содержание никеля в меди в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{G_1 \cdot 0{,}203 \cdot 100}{G},$$

где G_1 — вес осадка диметилглиоксима никеля в *г;*

0,203 — коэффициент пересчета диметилглиоксима никеля на никель;

G — навеска меди в *г.*

Максимально допустимое расхождение между результатами анализа:

при содержании до 0,2% никеля	0,01%
» » от 0,2 до 0,6% никеля	0,02%

IV. Определение железа

Метод 1-й — арбитражный

14. Применяемые реактивы и растворы:

а) Азотная кислота (крепкая и разбавленная 1:1).

б) Серная кислота.

в) Аммиак водный, 25%-ный раствор.

г) Соляная кислота (крепкая и разбавленная 1:1).

д) Типовой раствор *А.* Для приготовления его растворяют 0,864 *г* химически чистых железоаммонийных квасцов в воде, подкисленной 10 *мл* крепкой серной кислоты, и объем доводят водой до 1 *л.*

е) Раствор *Б.* 10 *мл* раствора *А* разбавляют водой до 100 *мл.* 1 *мл* раствора *Б* содержит 0,01 *мл* железа.

Раствор *Б* годен только в день его приготовления.

ж) Раствор алюминиевых квасцов, 10 *г* квасцов растворяют в 1 *л* воды, подкисленной 10 *мл* крепкой серной кислоты.

з) Сульфосалициловая кислота, 10%-ный раствор.

15. Ход анализа.

Навеску меди 1 *г*, взвешенную с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 10 *мл* азотной кислоты (разбавленной 1:1). По удалении окислов азота кипячением разбавляют раствор до 100 *мл* водой, прибавляют 2 *мл* крепкой серной кислоты и выделяют медь электролизом при силе тока 3—5 *а* и при сильном перемешивании электролита. Через 5 *мин* после обесцвечивания раствора обмывают электроды 20—30 *мл* воды над стаканом с электролитом. К освобожденному от меди раствору приливают 5 *мл* раствора алюминиевых квасцов, нагревают до 70°С и осторожно нейтрализуют раствором аммиака, употребляя метиловый оранжевый в качестве индикатора. Раствор оставляют на водяной бане в течение часа, фильтруют через фильтр диаметром 7 *см* и промывают три раза горячей водой.

Осадок на фильтре растворяют в 10 *мл* соляной кислоты (разбавленной 1:1), хорошо промывают, собирая фильтрат в мерную колбу емкостью 100 *мл* и разбавляют водой до метки.

Для колориметрического определения железа отбирают из полученного раствора

для анализа меди марок М0 и М1	. . . . .	10 *мл*
» » » » М2 и М3	. . . . .	2 »
» » » марки М4	. . . . .	1 »

и переносят в пробирку для колориметрирования емкостью 30 *мл*; приливают 10 *мл* сульфосалициловой кислоты, хорошо перемешивают, затем добавляют 5 *мл* аммиака, снова хорошо перемешивают, в присутствии железа появляется желтое окрашивание в аммиачной среде.

Приготовляют эталон для сравнения окраски следующим образом: в пробирку для колориметрирования наливают 10 *мл* воды, 1 *мл* соляной кислоты (разбавленной 1:1), 10 *мл* сульфосалициловой кислоты, 5 *мл* аммиака, все хорошо перемешивают. Затем прибавляют из микробюретки типовой раствор *Б* (реактив «е») до тех пор, пока окраска не станет такой же интенсивности, как окраска испытуемого раствора. Объемы растворов следует уравнивать добавлением воды.

Каждый миллилитр типового раствора соответствует в условиях анализа марок М0 и М1 0,01%, марок М2 и М3—0,05% и марки М4 — 0,10%, поэтому для вычисления процентного содержания умножают затраченное при колориметрировании число миллилитров (или долей миллилитра) типового раствора соответственно на 0,01; 0,05 и 0,10.

Параллельно с анализируемой пробой ведут контрольную с тем же количеством реактивов и в результаты анализа вводят поправку.

Максимально допустимое расхождение между результатами анализа:

при анализе меди марок М0 и М1	0,001%
» » » » М2 » М3	0,005%
» » » марки М4.	0,01%

Метод 2-й—ускоренный

Определение железа в меди марок М2, М3 и М4

16. Применяемые реактивы и растворы:

а) Аммиак водный, 25%-ный раствор.

б) Аммоний роданистый, 20%-ный раствор.

в) Кислота азотная (крепкая и разбавленная 1:1).

г) Кислота серная.

д) Кислота соляная (разбавленная 1:1).

е) Раствор смеси кислот для растворения осадка гидроокиси алюминия и железа, содержащий 100 *мл* крепкой серной кислоты и 30 *мл* крепкой азотной кислоты в 1 *л*.

ж) Раствор смеси кислот для приготовления эталонной пробы, содержащий 20 *мл* крепкой серной кислоты и 6 *мл* крепкой азотной кислоты в 1 *л*.

з) Спирт изоамиловый.

и) Типовой раствор железа.

Раствор *А*. Навеску в 0,864 *г* железоаммонийных квасцов растворяют в воде, подкисленной 10 *мл* серной кислоты и разбавляют водой до 1 *л*.

Раствор *Б*. 10 *мл* раствора *А* разбавляют водой до 100 *мл*. Раствор содержит в 1 *мл* 0,01 *мг* железа. Годен к применению в день его приготовления.

17. Ход анализа.

Навеску меди в 1 *г*, взятую с точностью до 0,01 *г*, растворяют в стакане емкостью 150 *мл* в 15 *мл* азотной кислоты (разбавленной 1:1).

По удалении окислов азота кипячением к пробе приливают 10 *мл* азотной кислоты (разбавленной 1:1) и 50 *мл* воды и раствор пересыщают аммиаком, который приливают при перемешивании в количестве, достаточном для перевода солей меди в растворимый аммиачный комплекс, не допуская большого избытка.

Аммиачный раствор нагревают до начала кипения и осадку дают отстояться на бане при температуре 80—90°С в течение 10—15 *мин*.

Осадок отфильтровывают и промывают горячей аммиачной водой (10 *мл* аммиака на литр) до удаления медного раствора.

Для окончательного отделения от меди осадок растворяют на фильтре в 15 *мл* горячей разбавленной соляной кислоты, промывая фильтр горячей водой и собирая раствор в тот же стакан, где производилось осаждение.

Раствор разбавляют до 50 *мл* и железо вновь осаждают небольшим избытком аммиака и после нагревания и отстаивания осадок отфильтровывают и промывают 2—3 раза горячей аммиачной водой.

Промытый осадок растворяют на фильтре в 20 *мл* горячего раствора смеси кислот (реактив «е»), промывая фильтр горячей водой.

Фильтрат собирают в мерную колбу емкостью 100 *мл*, по охлаждении разбавляют водой до метки и перемешивают.

От полученного раствора отбирают

при анализе меди марок М2 и М3 . . . . . 5 *мл*
» » » марки М4 . . . . . 2 »

переносят в градуированный колориметрический цилиндр, разбавляют раствором смеси кислот (реактив «ж») до объема в 10 *мл*, прибавляют 5 *мл* раствора роданистого аммония и взбалтывают.

В другой такой же цилиндр наливают 10 *мл* раствора смеси кислот (реактив «ж»), приливают 5 *мл* раствора роданистого аммония и затем добавляют из бюретки типовой раствор железа (раствор *Б*) до тех пор, пока окраска эталонной пробы не сравняется с окраской испытуемой пробы. Объемы растворов уравнивают добавлением небольшого количества воды. Сравнение окрасок производят быстро на белом хорошо освещенном фоне.

Примечание. При очень малых содержаниях железа (менее 0,003%) применяют экстрагирование изоамиловым спиртом.

Каждый миллилитр такого раствора соответствует в условиях анализа марок М2 и М3 0,02%, а марки М4 — 0,05%, поэтому для вычисления процентного содержания железа умножают затраченное при колориметрировании число миллилитров (или долей миллилитра) типового раствора железа соответственно на 0,01; 0,02 и 0,05.

Параллельно с анализируемой пробой ведут контрольную с теми же количествами реактивов и в результаты анализа вводят поправку.

Максимально допустимое расхождение между результатами анализа:

при анализе меди марок М2 и М3 . . . . . 0,005%
» » » марки М4 . . . . . 0,01%

V. Определение свинца

18. Применяемые реактивы и растворы:

а) Кислота азотная (крепкая и разбавленная 1:1 и 1:2).

б) Раствор азотнокислого железа. 1 *г* чистого железа растворяют в 15 *мл* азотной кислоты (разбавленной 1:1) при нагревании, добавляют 100 *мл* воды, фильтруют и разбавляют до 1 *л*.

в) Аммиак водный, 25%-ный раствор.

19. Ход анализа меди марок М0, М1 и М2.

Навеску меди в 30 *г*, взятую с точностью до 0,1 *г*, растворяют в литровом стакане в 400 *мл* азотной кислоты (разбавленной 1:1), которую приливают в несколько приемов небольшими порциями. Раствор кипятят до удаления окислов азота и разбавляют горячей водой до 500 *мл*.

К пробе добавляют затем 25 *мл* азотной кислоты и 20 *мл* раствора азотнокислого железа и раствор пересыщают 25%-ным раствором аммиака, который приливают при перемешивании в количестве, достаточном для перевода солей меди в растворимый аммиачный комплекс, допуская сверх необходимого количества лишь небольшой (около 10 *мл*) избыток аммиака, после чего аммиачный раствор разбавляют горячей водой до 750 *мл* и выдерживают на бане 10—15 *мин*.

По отстаивании осадок гидроокисей железа и свинца отфильтровывают, осторожно декантируя горячий раствор через 12—13-*см* складчатый бумажный фильтр и переводят осадок на фильтр в конце фильтрования. Стакан и фильтр с осадком промывают по одному разу горячей аммиачной водой (10 *мл* 25%-ного раствора аммиака на литр). Фильтр с осадком помещают в тот же стакан, где производилось осаждение, и разваривают его при осторожном нагревании и помешивании в 15 *мл* азотной кислоты (разбавленной 1:2).

К полученному раствору приливают 70 *мл* горячей воды и раствор фильтруют в стакан емкостью 250—300 *мл*, промывая фильтр горячей водой.

Раствор разбавляют до 150 *мл* и при температуре 50—60°С подвергают электролизу, применяя платиновые электроды, один из которых (наружный), служащий анодом, предварительно взвешивают. Электролиз ведут при силе тока 1—1,5 *а* и напряжении 1,5—2 *в* и перемешивании электролита, не допуская перерыва тока.

По истечении 15—20 *мин* производят испытание электролита на полноту осаждения, для чего добавляют к нему 20—25 *мл* воды, и продолжают электролиз еще в течение 10 *мин*.

Если за это время на свежепогруженной в раствор поверхности анода не выделится осадка перекиси свинца, электролиз заканчивают.

Не выключая тока быстро опускают стакан с раствором и промывают электроды, быстро подставляя под них поочередно два стакана с 400 *мл* воды.

Электроды освобождают из зажимов и анод с осадком двуокиси свинца высушивают при температуре 180° и по охлаждении взвешивают.

Содержание свинца в процентах (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{G_1 \cdot 0{,}86 \cdot 100}{G},$$

где G_1 — вес осадка двуокиси свинца в *г*;

0,86 — коэффициент пересчета двуокиси свинца на свинец;

G — навеска меди в *г*.

Максимально допустимое расхождение между результатами анализа при содержании до 0,01% свинца 0,0015%.

20. Ход анализа меди марки М3.

Навеску меди в 10 *г*, взятую с точностью до 0,01 *г*, растворяют в стакане емкостью 400 *мл* в 50 *мл* азотной кислоты, приливая отмеренное количество кислоты в несколько приемов. Избыток азотной кислоты затем удаляют, выпаривая раствор на умеренно нагретой бане до сиропообразной консистенции.

По окончании выпаривания пробу несколько охлаждают (не давая, однако ей застыть) и к ней приливают (осторожно, небольшими порциями) 100—120 *мл* воды и затем 3—5 *мл* азотной кислоты. В случае, если после добавления воды к остатку от выпаривания раствор окажется мутным от образовавшегося осадка основных солей меди (что может иметь место при чрезмерно длительном выпаривании), к раствору добавляют по каплям при взбалтывании азотную кислоту до растворения осадка этих солей, а затем уже приливают 3—5 *мл* азотной кислоты.

По разбавлении до 180—200 *мл* теплый раствор (50—60°С) подвергают электролизу, который ведут с помощью платиновых электродов в тех же условиях, какие указаны при определении свинца в меди марок М0, М1 и М2 (п. 19).

Расчет процентного содержания свинца производят по формуле, приведенной в п. 19.

Максимально допустимые расхождения между результатами анализа 0,004%.

Примечание. Этот метод непосредственного электролиза раствора навески может быть использован (в качестве ускоренного метода) также и для анализа меди марки М2 с удовлетворительной точностью (0,002%) при увеличенной до 20 *г* исходной навеске.

Навеску растворяют в 100 *мл* азотной кислоты, пробу, как и при анализе меди марки М3, выпаривают для удаления избытка азотной кислоты и после подкисления 3—5 *мл* азотной кислоты и разбавления до 250—270 *мл* теплый раствор (50—60°) подвергают электролизу.

21. Ход анализа меди марки М4.

Навеску меди в 2 *г*, взятую с точностью до 0,01 *г*, растворяют в стакане емкостью 250—300 *мл* в 20 *мл* азотной кислоты (разбавленной 1:1). Раствор кипятят до удаления окислов азота, разбавляют горячей водой до 50 *мл* и в случае присутствия осадка оловянной (сурьмяной) кислоты фильтруют, промывая фильтр 5—6 раз горячей водой, подкисленной азотной кислотой (5 *мл* азотной кислоты на 1 *л*).

Фильтрат или непосредственно раствор (если осадка не оказалось) разбавляют до 140—150 *мл* и теплый раствор (50—60°С) подвергают электролизу, который ведут с помощью платиновых элект-

родов при силе тока 1—1,5 *а* и напряжении 1,5—2 *в* и перемешивании электролита, как и при анализе меди прочих марок.

Содержание свинца находят по формуле, приведенной в п. 19.

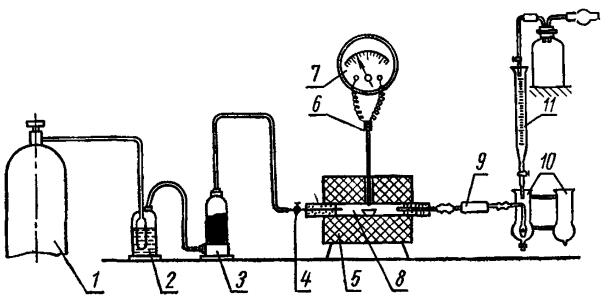
Максимально допустимые расхождения между результатами анализа 0,02 %.

VI. Определение серы

22. Применяемые приборы и реактивы.

Установка для выполнения определения (см. черт. 1).

а) Баллон с кислородом *1*, снабженный редукционным вентилем для регулирования скорости поступления в печь кислорода, или газометр, наполненный кислородом.



Черт. 1 Общий вид установки для определения серы методом сжигания

б) Поглотители для очищения кислорода, поступающего в печь. Система состоит из следующих сосудов: склянка *2*, содержащая 4%-ный раствор марганцовокислого калия в 40%-ном растворе едкого кали; колонка для осушения кислорода *3*, содержащая в нижней части сухой хлористый кальций, затем слой стеклянной или обыкновенной ваты и в верхней части — сухое едкое кали или сухой едкий натр.

в) Трехходовой кран *4*, дающий возможность направлять кислород, прошедший очистку, в печь или выпускать его в атмосферу и дополнительно регулировать скорость пропускания кислорода.

г) Горизонтальная электрическая трубчатая печь *5*, допускающая нагревание до температуры 1200°С. Печь должна быть снабжена реостатом и амперметром.

д) Термоэлектрический пирометр для измерения температуры внутри печи, состоящий из платино-платинородиевой термопары *6* и гальванометра *7*.

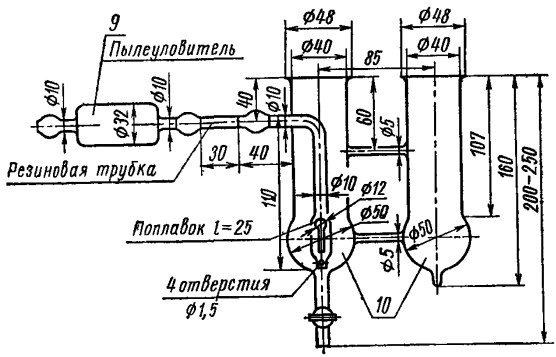
е) Фарфоровая неглазурованая трубка *8*. Внутренний диаметр 15—20 *мм*. Длина трубки должна быть такой, чтобы концы ее выступали из печи не менее чем на 180—200 *мм*.

Трубка перед употреблением должна быть прокалена при температуре 1100—1200°С в атмосфере кислорода.

ж) Фарфоровые неглазурованные лодочки длиной 70—130 *мм*, шириной 7—12 *мм* и высотой 5—10 *мм*. Лодочки должны быть подготовлены для работы прокаливанием при температуре 1100—1200°С в атмосфере кислорода в течение 10 *мин*.Полнота выжигания серы и ее соединений из лодочки контролируется путем пропускания газообразных продуктов из печи через раствор крахмала, содержащий 1—2 капли раствора йода. Конец выжигания серы определяют по прекращению обесцвечивания йодокрахмального раствора.

з) Пылеуловитель, наполненный стеклянной ватой *9*.

и) Поглотительный аппарат *10*, состоящий из двух равных сосудов, соединенных стеклянными перемычками. Левый сосуд является собственно поглотительным, в нижней его части имеется кран для слива по окончании анализа оттитрованной поглотительной жидкости. В правый сосуд наливается жидкость, служащая для контроля (см. черт. 2). Указанный поглотительный аппарат не является обязательным и может быть заменен другим поглотителем.



Черт.2. Адсорбционный аппарат для определения серы

к) Бюретка *11* емкостью 25 *мл*.

л) Йод металлический 0,001 н раствор. 0,127 *г* металлического йода растворяют в 50 *мл* 5%-ного раствора йодистого калия и разбавляют водой до 1 *л*.

Раствор сохраняют в склянке из темного стекла. Титр раствора йода по сере устанавливают по нормам меди СО №71а, причем сжигание меди производят при температуре 1200°С.

м) Крахмал растворимый, 1%-ный раствор. Применяют свежеприготовленный раствор.

н) Калий йодистый, 5%-ный раствор.

о) Нормаль меди СО № 71а.

Перед проведением анализа вся установка должна быть проверена на герметичность при температуре 1100—1200°С, для чего соединяют весь прибор с баллоном, открывают трехходовой кран *4* на воздух, осторожно открывают баллон и пропускают кислород со скоростью 20—30 пузырьков в минуту. Переключают кран *4* так, чтобы кислород поступал в печь и закрывают зажим. Через 2—3 *мин* должно прекратиться выделение пузырьков в очистительной склянке *2*, выжидают еще 5—7 *мин* и, если пузырьки больше не выделяются, установку считают герметичной.

23. Ход анализа

Для определения серы приготовляют тонко размельченную пробу меди. Берут навеску 2 *г* и помещают в фарфоровую лодочку.

Собирают всю установку, как показано на черт. 1, затем сожигательную трубку проверяют в отношении наличия летучих восстановительных веществ. Для этого в поглотительные сосуды *10* наливают по 50 *мл* воды и 10 *мл* 1%-ного раствора крахмала, приливают из бюретки в оба сосуда несколько капель раствора йода до появления сине-голубой окраски, нагревают печь до 1080—1100°С и пропускают кислород со скоростью 40—50 пузырьков в минуту.

Если через 4—5 *мин* окраска раствора в поглотительном сосуде исчезнет, то это показывает на выделение из трубки восстанавливающих газообразных веществ, реагирующих с йодом. В этом случае, не прекращая тока кислорода, приливают к раствору в поглотительном сосуде *10* еще несколько капель раствора йода до тех пор, пока слабо-голубая окраска в растворе останется неизменной и равной по интенсивности с окраской раствора в сосуде *10*. После этого вынимают пробку печи (со стороны баллона с кислородом) и вдвигают в трубку лодочку с навеской образца при помощи длинного проволочного крючка в середину печи (в наиболее нагретую зону.) Трубку немедленно закрывают пробкой и производят сожжение образца. Когда поступающие из печи в поглотительный сосуд газы начинают обесцвечивать раствор йода в нижней части сосуда для поглощения *10,* приливают раствор йода так, чтобы синяя окраска раствора не исчезла во все время сжигания.

При ослаблении интенсивности окраски в поглотительном растворе замедляют приливание раствора йода и прекращают в тот момент, когда слабо-голубая окраска раствора продолжает оставаться постоянной и равной по интенсивности с окраской раствора в сосуде *10*. После этого пропускают кислород еще в течение одной минуты, и если окраска раствора не исчезнет, то сжигание считают законченным.

При определении серы необходимо установить в тот же день поправку контрольного опыта, для чего производят сожжение пустой лодочки. Поправка на контрольный опыт не должна быть более 0,2—0,3 *мл* раствора йода.

Содержание серы в процентах (X_2) вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(v - v_1) \cdot T \cdot 100}{G},$$

где v — количество раствора йода, пошедшее на титрование образца, в *мл*;

v_1 — количество раствора йода, пошедшее на титрование контрольного опыта, в *мл*;

T — титр раствора йода, выраженный в граммах серы;

G — навеска меди в *г*.

Максимально допустимые расхождения между результатами анализа 0,001%.

VII. Определение сурьмы

24. Применяемые реактивы и растворы:

а) Кислота азотная (крепкая и разбавленная 1:1).

б) Аммиак водный (25%-ный раствор и разбавленный 1:1).

в) Калий марганцовокислый, 3%-ный раствор.

г) Марганец сернокислый, 5%-ный раствор.

д) Раствор смеси кислот. Для получения раствора 15 *г* щавелевой кислоты растворяют в литре соляной кислоты (разбавленной 1:1).

е) Натр едкий, 20%-ный раствор.

ж) Кислота серная (крепкая и разбавленная 1:3 и 1:10).

з) Калий йодистый, 20%-ный раствор.

и) Калий кислый сернокислый.

к) Тиомочевина, 10%-ный раствор.

л) Типовой раствор сурьмы, содержащий 0,0001 *г* сурьмы в 1 *мл*.

Для получения раствора 0,100 *г* сурьмы марки Су1 растворяют при нагревании в 20 *мл* серной кислоты. К раствору по охлаждении приливают 150 *мл* серной кислоты (разбавленной 1:1) и разбавляют водой в мерной колбе до 1 *л*, или 0,276 *г* калия сурьмяновиннокислого (рвотный камень) растворяют в 1 *л* серной кислоты (разбавленной 1:1).

25. Ход анализа

Навеску в 25 *г* меди марок М0 и М1, 10 *г* марки М2 (взятую с точностью до 0,1 *г*), 2 *г* марки М3 и 1 *г* марки М4 (взятую с точностью до 0,01 *г*), растворяют в стакане емкостью 800—300 *мл* соответственно в 200, 80, 20 и 10 *мл* азотной кислоты (разбавленной 1:1) при подогревании. Удаляют окислы азота кипячением, охлаждают, разбавляют водой до 300 *мл* для марок М0 и М1 и до 100—

150 *мл* (в случае анализа марок М2, М3 и М4) и нейтрализуют аммиаком (разбавленным 1:1), приливая последний небольшими порциями до появления небольшого осадка основных солей меди, не исчезающего при перемешивании.

К раствору затем добавляют по каплям при перемешивании азотную кислоту (разбавленную 1:1) до растворения осадка (мути) основных солей меди, избегая избытка кислоты, так как раствор должен быть лишь слабокислым.

К полученному раствору, по разбавлении его водой до 450—200 *мл*, приливают 5 *мл* раствора сернокислого марганца и 3 *мл* раствора марганцовокислого калия и раствор кипятят до свертывания осадка, прибавляют еще 3 *мл* раствора марганцовокислого калия и вновь кипятят. Осадку водной двуокиси марганца дают отстояться и затем отфильтровывают его через 11-сантиметровый фильтр и промывают 2—3 раза горячей водой. Фильтрат переводят обратно в тот стакан, где производилось осаждение, прибавляют к нему 2 *мл* раствора сернокислого марганца и 2—3 *мл* раствора марганцовокислого калия. Раствор снова кипятят и фильтруют через тот же фильтр, на котором находится первый осадок и промывают 4—5 раз горячей водой.

Промытый осадок растворяют на фильтре в 40 *мл* горячей смеси соляной и щавелевой кислот, промывая фильтр 3—4 раза горячей водой и собирая фильтрат в тот же стакан, в котором производилось осаждение. Раствор кипятят до удаления хлора. Фильтр подсушивают и озоляют в небольшом фарфоровом тигле и золу сплавляют с 1—1,5 *г* кислого сернокислого калия, сплав выщелачивают из тигля 5—10 *мл* серной кислоты (разбавленной 1:10) и присоединяют к основному раствору. Раствор разбавляют водой до 300 *мл*, нагревают до 60—70°С и обрабатывают сероводородом в течение 15 *мин*. После 10-минутного отстаивания осадок сернистых металлов отфильтровывают через бумажный средней плотности фильтр и промывают сероводородной водой.

Промытый осадок смывают горячей водой (примерно 20—30 *мл*) с неразвернутого фильтра в колбу, в которой производилось осаждение, прибавляют 20 *мл* 20%-ного раствора едкого натра и нагревают на водяной бане до 60—70°С. Фильтруют через тот же фильтр и промывают несколько раз горячей водой, содержащей 1—2% едкого натра.

К фильтрату добавляют 12 *мл* серной кислоты и выпаривают до выделения паров серного ангидрида. Если раствор темнеет от обугливания органических веществ, то прибавляют несколько капель азотной кислоты и продолжают нагревание до обесцвечивания раствора.

По охлаждении добавляют 5—10 *мл* воды и повторяют выпаривание.

По охлаждении добавляют 30 *мл* воды, нагревают до растворения солей, переносят раствор в мерную колбу (или цилиндр) емкостью 50 *мл*, охлаждают и дополняют до метки серной кислотой (разбавленной 1:3).

Отмеривают в зависимости от содержания сурьмы 10—25 *мл* раствора в цилиндр для колориметрирования (при очень малых содержаниях сурьмы используют весь раствор).

К отмеренной части приливают серную кислоту (разбавленную 1:3) до объема 50 *мл*, 5 *мл* 20%-ного раствора йодистого калия, перемешивают и добавляют 5 *мл* 10%-ного раствора тиомочевины и снова перемешивают.

Для сравнения окраски приготовляют эталон следующим образом: в цилиндр такой же емкости и формы, как тот, в котором находится испытуемый раствор, наливают 45 *мл* серной кислоты (разбавленой 1:3), 5 *мл* 20%-ного раствора йодистого калия, 5 *мл* 10%-ного раствора тиомочевины и перемешивают после добавления каждого реактива. Приливают из микробюретки типовой раствор сурьмы до тех пор, пока окраска эталона не сравняется с окраской испытуемого раствора. Объем растворов уравнивают добавлением небольших количеств серной кислоты (разбавленной 1:3).

Содержание сурьмы в процентах (X_3) вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{v \cdot 0{,}0001 \cdot 100}{G},$$

где v — количество типового раствора сурьмы, пошедшее на уравнивание окраски, в *мл*;

0,0001 — содержание сурьмы в 1 *мл* типового раствора в *г*;

G — навеска (или часть ее) в *г*.

Максимально допустимые расхождения между результатами анализа:

при	анализе	меди	марок	М0, М1	0,0005%
»	»	»	марки	М2	0,0015%
»	»	»	»	М3	0,007%
»	»	»	»	М4	0,03%

VIII. Определение висмута

26. Применяемые реактивы и растворы:

а) Кислота азотная крепкая.

б) Натрий углекислый, 10%-ный раствор.

в) Калий йодистый, 20%-ный раствор.

г) Кислота соляная (разбавленная 1:1).

д) Квасцы железоаммонийные, 17,2 *г* соли растворяют в 500 *мл* 5%-ной серной кислоты. 1 *мл* раствора содержит около 2 *мг* железа.

е) Аммоний углекислый, 20%-ный раствор.

ж) Аммиак водный (25%-ный раствор и разбавленный 5:95).

з) Тиомочевина, 10%-ный раствор.

и) Типовой раствор висмута, содержащий в 1 *мл* 0,001 *г* висмута. Для приготовления раствора 0,100 *г* металлического висмута или 0,111 *г* окиси висмута растворяют при нагревании в 10 *мл* крепкой азотной кислоты и раствор выпаривают с 10 *мл* серной кислоты до удаления азотной кислоты.

По охлаждении к пробе приливают 40 *мл* серной кислоты (разбавленной 1:1), раствор разбавляют в мерной колбе до 1 *л*.

к) Крахмал, 0,5%-ный раствор.

27. Ход анализа

Навески в 20 *г* меди марок М0, М1 и М2 и 10 *г* марок М3 и М4, взятые с точностью до 0,1 *г* растворяют в стакане емкостью 800—600 *мл* соответственно в 100—50 *мл* азотной кислоты, приливая отмеренное количество кислоты небольшими порциями. Раствор кипятят до удаления окислов азота, несколько упаривая на бане для удаления большей части избытка кислоты (примерно до половины первоначального объема), добавляют 150 *мл* воды и 5 *мл* раствора железоаммонийных квасцов (10 *мг* железа) и нейтрализуют раствором углекислого натрия, который приливают при непрерывном перемешивании небольшими порциями (под конец по каплям) до образования небольшого осадка карбоната меди, не растворяющегося даже при продолжительном перемешивании, после чего раствор разбавляют водой до 500—400 *мл*, добавляют еще 2—3 *мл* раствора углекислого натрия, нагревают до сильного кипения и кипятят 10 *мин*. По отстаивании осадок отфильтровывают через бумажный фильтр, промывая стакан и фильтр с осадком по два раза горячей водой. Промытый осадок смывают с неразвернутого фильтра обратно в стакан, в котором производилось осаждение. Приливают 20 *мл* горячей соляной кислоты (разбавленной 1:1), пропуская ее через фильтр, затем фильтр тщательно промывают горячей водой, собирая промывную жидкость в тот же стакан. Раствор разбавляют водой до объема 200 *мл*, нагревают до 60—70°С, приливают аммиак до образования осадка основных солей меди и затем 20%-ный раствор углекислого аммония до связывания всей меди в аммиачный комплекс.

Стакан ставят на баню на 20—25 *мин*, после чего фильтруют через тот же фильтр. Фильтр с осадком промывают 5—6 раз горячим раствором аммиака (разбавленным 5:95). Осадок растворяют на фильтре в 20 *мл* горячей соляной кислоты (разбавленной 1:1) и промывают фильтр 5—6 раз горячей водой.

По охлаждении фильтрат переводят в цилиндр для колориметрирования емкостью 100 *мл*, приливают 10 *мл* раствора йодистого калия и перемешивают. Затем приливают 3 *мл* раствора тиомочевины, разбавляют до 100 *мл* и снова перемешивают. Капельной реакцией с крахмалом пробуют на присутствие йода. По мере надобнос-

ти добавляют немного раствора тиомочевины. Эталон для сравнения окраски приготовляют следующим образом.

В цилиндр, равный по емкости и диаметру тому, в котором находится испытуемый раствор, приливают 20 *мл* соляной кислоты (разбавленной 1:1), 50—60 *мл* воды, 10 *мл* раствора йодистого калия, 3 *мл* раствора тиомочевины, перемешивают и затем к бесцветному раствору прибавляют из бюретки типовой раствор висмута до тех пор, пока окраска эталона не сравняется с окраской испытуемого раствора. Объемы растворов уравнивают добавлением воды.

Содержание висмута в процентах (X_4) вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{v \cdot 0{,}0001 \cdot 100}{G},$$

где v — количество типового раствора висмута, пошедшее на уравнение окраски, в *мл*;

0,0001 — содержание висмута в 1 *мл* типового раствора в *г*;

G — навеска в *г*.

Максимально допустимые расхождения между результатами анализа:

при анализе меди марок М0, М1, М2 . . . . . 0,0005%
» » » » М3, М4 . . . . . 0,001%

IX. Определение мышьяка

Определение мышьяка в меди марок М0, М1, М2 и М3

28. Применяемые реактивы и растворы:

а) Кислота азотная крепкая.

б) Раствор хлорного железа. Для получения раствора 50 *г* хлорного железа растворяют в 1 *л* воды с добавлением 10 *мл* соляной кислоты.

в) Аммиак водный, 25%-ный раствор.

г) Кислота соляная (разбавленная 1:1 и 1:2).

д) Раствор хлористого олова. Для получения раствора 50 *г* двухлористого олова растворяют в 50 *мл* соляной кислоты и разбавляют водой до 100 *мл*.

е) Свинец уксуснокислый, 2%-ный раствор с добавлением уксусной кислоты до получения прозрачного раствора.

ж) Бумага, пропитанная раствором уксуснокислого свинца. Листы фильтровальной бумаги пропитывают 2%-ным раствором уксуснокислого свинца, сушат и нарезают на куски размером 7×5 *см*.

з) Бумага, припитанная хлорной ртутью (сулемой). Лист фильтровальной бумаги средней плотности погружают в 3%-ный раствор хлорной ртути, вынимают, расстилают на стеклянном листе и высушивают в горизонтальном положении.

Высохший лист разрезают на полоски длиной 130 *мм* и шириной 5 *мм*, которые хранят в банке темного стекла с притертой пробкой.

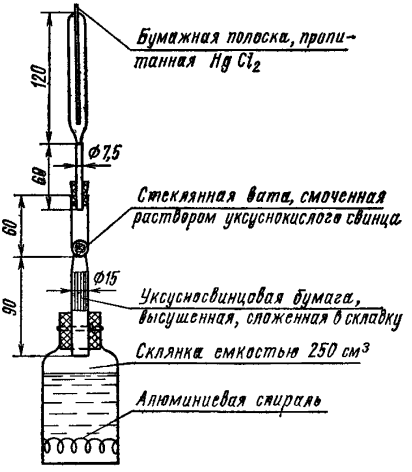
и) Проволока алюминиевая диаметром 1,5—2 *мм*. Ее нарезают на куски длиной около 35 *см*, которые свертывают в спирали диаметром 20 *мм*.

к) Раствор мышьяковистого ангидрида для приготовления шкалы окрасок.

Для получения раствора 1,32 *г* мышьяковистого ангидрида растворяют в 15—20 *мл* 20%-ного едкого натра, раствор нейтрализуют серной кислотой (разбавленной 1:3), добавляют 20 *мл* серной кислоты (разбавленной 1:1) и разбавляют в мерной колбе до 1 *л*. 10 *мл* полученного раствора переносят в другую литровую колбу и разбавляют водой до метки.

1 *мл* раствора содержит 0,01 *мг* мышьяка.

л) Эталонная шкала окрасок. В банку емкостью 250 *мл* прибора для определения мышьяка (черт. 3) наливают последовательно 5,10, 20, 30, 40 и 50 *мл* раствора мышьяковистого ангидрида, добавляют по 4 *мл* раствора хлорного железа, воды до объема 80 *мл*, по 20 *мл* соляной кислоты и 1 *мл* раствора хлористого олова. Раствор в банке разбавляют горячей (75°С) водой до 200 *мл*, опускают алюминиевую спираль (предварительно протравленную в теплом 20%-ном растворе едкого натра в течение 5—7 *сек* и промытую в воде), банку закрывают пробкой со вставленными в нее трубками, содержащими: уксусносвинцовую бумагу, сложенную складками, стеклянную вату, смоченную раствором уксуснокислого свинца, и полоску сулемовой бумаги. Через 45 *мин* вынимают окрашенную полоску сулемовой бумаги, измеряют длину окрашенной ее части или зарисовывают ее.



Черт. 3

Каждая точка шкалы устанавливается на основании результатов 2—3 параллельных определений. Таким образом, получается шкала из шести окрашенных полосок, соответствующих содержанию 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 *мг* мышьяка.

С каждой новой партией сулемовой бумаги шкалу следует приготовить вновь.

29. Ход анализа

Навеску в 25 *г* меди марок М0 и М1 и в 10 *г* марки М2, взятую с точностью до 0,1 *г*, и в 2 *г* марки М3, взятую с точностью до 0,01 *г*, растворяют в стакане емкостью 800—300 *мл* соответственно в 120—60—20 *мл* азотной кислоты [1], приливая кислоту небольшими порциями.

Раствор нагревают до удаления окислов азота, добавляют около 10 *мл* раствора хлорного железа, разбавляют горячей водой до 500—250—120 *мл* и осаждают железо 25%-ным раствором аммиака, приливают последний при перемешивании в количестве, достаточном для удержания всей меди в аммиачном растворе и допуская лишь небольшой избыток (5—7 *мл*).

Осадку гидроокиси железа дают отстояться на бане в течение 10 *мин*, после чего его отфильтровывают через неплотный, 11-сантиметровый фильтр, обмывая стакан дважды горячей аммиачной водой (5 *мл* 25%-ного раствора аммиака на 1 *л*). Фильтр с осадком промывают этой же водой 4—5 раз, хорошо перемешивая осадок струей из промывалки.

Промытый осадок растворяют на фильтре в 40 *мл* горячей соляной кислоты (разбавленной 1:1), промывая фильтр горячей водой и собирая раствор в тот же стакан, где производилось осаждение. Раствор разбавляют водой до 150—200 *мл* и железо вновь осаждают небольшим избытком аммиака (2—3 *мл*), осадок отфильтровывают и промывают аммиачной водой, как и в первый раз.

Осадок растворяют на фильтре в горячей соляной кислоте (разбавленной 1:2) и промывают фильтр этой же кислотой, употребляя для растворения и промывания 150 *мл* кислоты. Раствор собирают в мерную колбу емкостью 250 *мл* и по охлаждении разбавляют водой до мегки и перемешивают. Отбирают пипеткой 100 *мл* раствора, переносят в банку прибора для определения мышьяка, прибавляют 1 *мл* раствора хлористого олова, добавляют горячей (75°С) воды до объема в 200 *мл*, опускают алюминиевую спираль и закрывают пробкой с трубками, снаряженными так же, как и при приготовлении шкалы. Через 45 *мин* вынимают окрашенную полоску сулемовой бумаги и устанавливают по шкале окрасок содержание мышьяка в граммах.

Содержание мышьяка в процентах (X_5) вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{G_1 \cdot 100}{G},$$

где

G_1 — количество мышьяка, найденное в 0,4 части пробы, в *г*;

G — 0,4 часть исходной навески (т. е. 10; 4 или 0,8 *г*).

[1] При наличии в пробе олова к азотной кислоте добавляют 10—5 *мл* соляной кислоты.

Параллельно с анализируемой пробой ведут анализ контрольной пробы с теми же количествами реактивов и в результаты анализа вносят соответствующую поправку.

Примечание. Для получения точных результатов необходимо строго соблюдать условия анализа.

Максимально допускаемые расхождения между результатами анализа:

при анализе меди марок М0, М1 . . . . . 0,0005%
» » » марки М2 . . . . . 0,0015%
» » » » М3 . . . . . 0,008%

Определение мышьяка в меди марки М4

30. Применяемые реактивы и растворы:

а) Кислота азотная крепкая .

б) Раствор хлорного железа. Для получения раствора 50 *г* хлорного железа растворяют в 1 *л* воды с добавлением 10 *мл* соляной кислоты.

в) Аммиак водный, 25%-ный раствор.

г) Кислота соляная (крепкая и разбавленная 1:1 и 1:3).

д) Медь сернокислая, 2%-ный раствор.

е) Кальций, калий или натрий фосфорноватистокислый (кальций, калий или натрий гипофосфит).

ж) Аммоний хлористый, 5%-ный раствор.

з) Йод металлический, 0,01 и 0,05 н растворы.

0,01 н раствор:

1,27 *г* металлического йода растворяют в 20 *мл* 20%-ного раствора йодистого калия и по растворении разбавляют водой до 1 *л*.

0,05 н раствор:

6,35 *г* металлического йода растворяют в 60 *мл* 20%-ного раствора йодистого калия и по растворении разбавляют водой до 1 *л*.

Оба раствора сохраняют в склянках из темного стекла. Титр растворов йода по точно 0,01 и 0,05 н устанавливают раствором мышьяковистого ангидрида.

и) Натрий двууглекислый, насыщенный при обыкновенной температуре раствор.

к) Мышьяковистый ангидрид 0,01 и 0,05 н растворы.

0,01 н раствор:

0,4948 *г* мышьяковистого ангидрида и 1,5 *г* двууглекислой соды растворяют в 50—60 *мл* воды при нагревании. Охлажденный раствор разбавляют водой до 1 *л*.

0,05 н раствор:

2,474 *г* мышьяковистого ангидрида и 7,5 *г* двууглекислой соды растворяют в 100 *мл* воды при нагревании. Охлажденный раствор разбавляют водой до 1 *л*.

31. Ход анализа

Навеску в 10 *г* меди марок М2 и М3, взятую с точностью до 0,1 *г*, и 5 *г* марки М4, взятую с точностью до 0,05 *г*, растворяют в стакане емкостью 400 *мл* соответственно в 60—30 *мл* азотной кислоты [1].

Раствор нагревают до удаления окислов азота, приливают 10 *мл* раствора хлорного железа, разбавляют водой до 250—150 *мл* и мышьяк осаждают совместно с железом аммиаком, как указано в методе 1. Осадок, как и при применении метода 1, по отстаивании отфильтровывают, промывают горячей аммиачной водой (5 *мл* аммиака на 1 *л*), растворяют в 40 *мл* горячей соляной кислоты (разбавленной 1:1), промывая фильтр горячей водой, и вновь осаждают небольшим избытком аммиака. Промытый осадок растворяют на фильтре в 40 *мл* горячей соляной кислоты (разбавленной 1:1), промывая фильтр небольшим количеством (10—15 *мл*) воды и собирая раствор в коническую колбу емкостью 250 *мл*.

К раствору добавляют 20 *мл* соляной кислоты, 10 *мл* раствора сернокислой меди и затем около 10 *г* гипофосфита и оставляют стоять при обыкновенной температуре 10—15 *мин*, затем нагревают с обратным холодильником до 80°С и выдерживают при этой температуре 15 *мин*, после чего кипятят около 1 *ч*. По охлаждении осадок элементарного мышьяка отфильтровывают через небольшой кусок гигроскопической ваты и промывают колбу и осадок 8—10 раз холодной соляной кислотой (разбавленной 1:3), а затем 10 раз раствором хлористого аммония.

Промытую вату с осадком переносят в ту колбу, где производилось осаждение, и приливают в нее 10 *мл* 0,01 н раствора йода (в случае анализа меди марки М2) и 10—15 *мл* 0,05 н раствора йода (в случае анализа меди марок М3 и М4). Осторожно взбалтывают, разрыхляя вату с помощью стеклянной палочки до полного растворения мышьяка, приливают 10 *мл* раствора двууглекислого натрия и оттитровывают избыток йода раствором мышьяковистого ангидрида (соответственно 0,01 или 0,05 н) в присутствии крахмала до обесцвечивания раствора, затем прибавляют еще несколько капель раствора мышьяковистого ангидрида и оттитровывают обратно раствором йода до появления синей окраски.

Титр йода устанавливают по точно 0,01 и 0,05 н растворам белого мышьяка. 1 *мл* точно 0,01 н раствора йода соответствует 0,00015 *г* мышьяка; 0,05 н раствора — 0,00075 *г* мышьяка.

Содержание мышьяка в процентах (X_6) вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(v - v_1) \cdot T}{G},$$

где

v — количество раствора йода, затраченное при титровании, в *мл*;

v_1 — количество раствора мышьяковистого ангидрида, затраченное при титровании, в *мл*;

[1] При наличии в пробе олова к азотной кислоте добавляют 5 *мл* соляной кислоты.

T — титр раствора йода, выраженный в граммах мышьяка;
G — навеска меди в *г*.

Параллельно ведут анализ контрольной пробы с теми же количествами реактивов и в результаты анализа вносят соответствующую поправку.

Максимально допустимые расхождения между результатами анализа:

при анализе меди марки М2 . . . . . 0,0015%
» » » » М3 . . . . . 0,004%
» » » » М4 . . . . . 0,008%

X. Определение фосфора

32. Применяемые реактивы и растворы.

а) Кислота азотная (крепкая и 0,1 н раствор).

б) Кислота соляная.

в) Аммиак водный.

г) Жидкость молибденовая. 80 *г* молибденовокислого аммония растворяют в 640 *мл* воды, к которой прибавлено 150 *мл* аммиака. Полученный раствор вливают тонкой струей при перемешивании в хорошо охлажденную смесь из 950 *мл* азотной кислоты (разбавленной 1:1) и 250 *мл* воды. По истечении 2—3 дней раствор фильтруют.

д) Калий азотнокислый, 2%-ный раствор.

е) Аммоний азотнокислый.

ж) Натр едкий, 0,1 н раствор, не содержащий углекислоты. 4,0 *г* едкого натра растворяют в 25—30 *мл* воды и раствор разбавляют водой, не содержащей углекислоты, до 1 *л*.

Титр раствора устанавливают по точно 0,1 н раствору серной кислоты (фиксонал) и пересчитывают на фосфор. За отсутствием фиксонала титр серной кислоты устанавливают весовым путем — осаждением в виде сульфата бария.

з) Кислота азотная (или серная), 0,1 н раствор.

и) Фенолфталеин, 1%-ный спиртовой раствор.

33. Ход анализа

Навеску меди в 10 *г* (при содержании до 0,01% фосфора), 5 *г* (при содержании свыше 0,01% фосфора), взятую с точностью до 0,05 *г*, растворяют в конической колбе (или стакане) в смеси из 50—25 *мл* азотной кислоты и 10—15 *мл* соляной кислоты.

Раствор нагревают на бане до удаления окислов азота и затем упаривают до половины первоначального объема, охлаждают и разбавляют водой до 80—50 *мл*. К теплому (35—40°С) раствору приливают 25 *мл* молибденовой жидкости, добавляют 5 *г* азотнокислого аммония и пробу взбалтывают в течение минуты, после чего оставляют в покое на 2—3 *ч*.

По истечении указанного времени осадок отфильтровывают через 9-сантиметровый фильтр, уплотненный небольшим количеством

бумажной массы, и тщательно промывают колбу и фильтр с осадком раствором азотнокислого калия до полного удаления кислого раствора.

Промытый фильтр с осадком переносят в ту же колбу, где производилось осаждение, наливают в нее 10 *мл* воды, не содержащей углекислоты, и из бюретки избыток 0,1 н раствора едкого натра (10—20 *мл*). Взбалтывают, разрыхляя фильтр с помощью стеклянной палочки до полного растворения желтого осадка, палочку удаляют, обмывая небольшим количеством воды, добавляют 3—4 капли раствора фенолфталеина и оттитровывают избыток щелочи 0,1 н раствором кислоты. Содержание фосфора в процентах (X_7) вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{(v - v_1) \cdot T \cdot 100}{G},$$

где

v — количество раствора щелочи, затраченное при титровании, в *мл*;

v_1 — количество раствора кислоты, затраченное на обратное титрование, в *мл*;

T — титр 0,1 н раствора щелочи, выраженный в граммах фосфора (1 *мл* точно 0,1 н раствора соответствует 0,000135 *г* фосфора);

G — навеска меди в *г*.

Параллельно с анализируемой пробой ведут анализ контрольной пробы с теми же количествами реактивов и в результаты анализа вводят соответствующую поправку.

Максимально допустимые расхождения между результатами анализа:

при содержании	до 0,01% фосфора	0,001%
»	от 0,01 до 0,02% фосфора	0,002%
»	от 0,02, до 0,04% фосфора	0,003%

XI. Определение цинка

Метод 1-й — арбитражный

34. Применяемые реактивы и растворы:

а) Кислота азотная (крепкая, разбавленная 1:1).

б) Аммиак водный.

в) Кислота уксусная, 70—80%-ный раствор.

г) Кислота серная (разбавленная 1:1 и 1:9).

д) Аммоний уксуснокислый.

е) Ртуть хлорная, 0,1%-ный раствор.

ж) Раствор роданистой ртути и роданистого аммония или роданистого калия. Для получения раствора отвешивают 32 *г* роданистого аммония (или эквивалентное количество роданистого калия),

растворяют в 200 *мл* воды, прибавляют раствор 27 *г* сулемы в нагретой до 50°С воде и разбавляют водой до 1 *л*; дают постоять два дня и, если выпадает осадок, фильтруют.

з) Раствор для промывания. Для приготовления его 15 *мл* реактива «ж» разбавляют водой до 1 *л*.

35. Ход анализа (для всех марок меди)

Две навески меди по 5 *г*, взвешенные с точностью до 0,01 *г* каждая, растворяют (каждую) в 40 *мл* азотной кислоты (разбавленной 1:1), раствор кипятят до удаления окислов азота, разбавляют водой до 150 *мл*, добавляют по 5 *мл* серной кислоты (разбавленной 1:1) и выделяют медь электролизом, как описано при определении меди (*см.* разд. II).

Освобожденные от меди растворы соединяют и выпаривают до удаления азотной кислоты (появление паров серной кислоты).

К остатку от выпаривания приливают, по охлаждении, 150 *мл* воды и в горячий (60—70°С) раствор пропускают в течение 15 — 20 *мин* сероводорода для отделения остатков меди. Выпавший осадок отфильтровывают и промывают 4—5 раз сероводородной водой.

Фильтрат кипятят для удаления сероводорода, упаривая до объема в 140—150 *мл*, охлаждают, нейтрализуют аммиаком по индикатору метиловому оранжевому, прибавляют 10 *мл* уксусной кислоты, 2 *г* уксуснокислого аммония и пропускают сероводород в течение 20 *мин*. Затем приливают 3 *мл* раствора сулемы и вновь пропускают сероводород в течение 10 *мин*. Выпавшему осадку сернистой ртути и сернистого цинка дают отстояться в течение 20—30 *мин*, затем его отфильтровывают через беззольный фильтр и промывают 4—5 раз сероводородной водой, фильтр с осадком подсушивают до слегка влажного состояния, помещают в фарфоровый тигель и очень осторожно озоляют под тягой при невысокой температуре.

Остаток в тигле растворяют при подогревании в 4 *мл* серной кислоты (разбавленной 1:9), переносят раствор в стакан емкостью 50 *мл*, обмывают тигель водой, перенося промывную воду в тот же стакан, разбавляют водой до 20 *мл* и прибавляют 5 *мл* реактива «ж». Раствор перед осаждением цинка должен быть прозрачным, в противном случае его фильтруют.

Раствор перемешивают стеклянной палочкой и оставляют отстаиваться на несколько часов (или лучше до следующего дня) при обыкновенной температуре. Осадок обычно бывает окрашен в фиолетовый цвет следами меди и железа.

Выпавший осадок отфильтровывают через предварительно взвешенный стеклянный фильтрующий тигель № 4, промывают раствором для промывания (реактив «з»), высушивают 1 *ч* при 110°С и по охлаждении в эксикаторе взвешивают.

Содержание цинка в процентах (X_8) вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{G_1 \cdot 0{,}1312 \cdot 100}{10},$$

где

G_1 — найденый вес осадка ртутнороданистого цинка в *г*;

0,1312 — коэффициент пересчета с ртутнороданистого цинка на цинк;

10 — навеска, из которой производилось определение, в *г*.

Максимально допустимые расхождения между результатами анализа 0,0015%.

Метод 2-й ускоренный

Полярографический метод

36. Приборы и реактивы:

а) Полярограф — визуальный или фоторегистрирующий с принадлежностями.

б) Кислота азотная крепкая.

в) Кислота серная (разбавленная 1:3).

г) Аммиак водный.

д) Натрий сернистокислый.

е) Клей столярный, 1%-ный водный раствор.

ж) Типовой раствор цинка. Готовят растворением 1 *г* цинка марки Ц3 и 30 *мл* соляной кислоты (разбавленной 3:2), раствор переводят в мерную колбу емкостью 1 *л*, добавляют 20 *мл* соляной кислоты и разбавляют до метки водой. 1 *мл* полученного раствора содержит 1 *мг* цинка.

37. Ход анализа

Навеску меди марок М0 и М1 в 2 *г* растворяют при нагревании в 10 *мл* азотной кислоты в стакане емкостью 250 *мл*. По растворении навески удаляют кипячением окислы азота, разбавляют содержимое стакана водой до 100—120 *мл*, приливают 6 *мл* серной кислоты (разбавленной 1:3) и выделяют медь электролизом (применяя установку с перемешиванием электролита). Освобожденный от меди раствор упаривают до паров серного ангидрида (для удаления азотной кислоты).

К остатку от выпаривания приливают 5 *мл* воды, пробу нагревают до кипения и раствор по охлаждении переносят в мерную колбу емкостью 25 *мл*, обмывая стакан 2—3 раза водой с таким расчетом, чтобы колба была заполнена примерно на $^2/_3$ ее объема.

В раствор бросают кусочек лакмусовой бумаги и приливают аммиак до щелочной реакции. Содержимое колбы охлаждают в проточной воде, приливают 2,5 *мл* аммиака, разбавляют до метки водой и хорошо перемешивают. Отбирают в небольшой стаканчик 20 *мл* полученного раствора, прибавляют к нему $1^1/_2$—2 *г* сернистокислого натрия, перемешивают до растворения соли, приливают 10 капель столярного клея, хорошо перемешивают и переливают раствор в электролизер полярографа. Устанавливают скорость вытека-

ния ртути из капилляра—10 капель в 15 *сек* и полярографируют при чувствительности гальванометра, подобранной визуально, в зависимости от содержания цинка. Аккумулятор 2 *в*, начало кривых с 1 *в*.

Содержание цинка в процентах (X_9) определяют методом стандартных кривых по формуле

$$X_9 = \frac{(H_1 - H) \cdot v \cdot 100}{K \cdot 1000 \cdot G \cdot 1000},$$

где

H_1 — суммарная высота волны цинка в меди и в контрольной пробе в *мм* (в реактивах);

H — высота волны контрольной пробы в *мм*;

v — разведение испытуемого раствора в мерной колбе в *мл*;

K — коэффициент пересчета;

G — навеска меди в *г*.

Для вычисления высоты волны контрольной пробы H поступают следующим образом: в стакан емкостью 200—250 *мл* вливают 10 *мл* азотной кислоты, 6 *мл* разбавленной серной кислоты и 150 *мл* воды, и раствор упаривают до паров серного ангидрида. К охлажденному раствору приливают 5 *мл* воды, раствор переводят в мерную колбу емкостью 25 *мл* и в дальнейшем поступают так же, как и с испытуемым раствором, полярографируя при той же чувствительности гальванометра.

Для нахождения коэффициента пересчета K готовят эталонные растворы цинка, для этого в две мерные колбы, емкостью в 100 *мл* отмеривают из микробюретки 0,5—1,0 *мл* типового раствора цинка, приливают в каждую колбу по 20 *мл* разбавленной серной кислоты, по 25 *мл* воды, перемешивают; нейтрализуют аммиаком по лакмусу и прибавляют его избыток в размере 10 *мл*. Растворы охлаждают, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Растворы содержат: 1/5 *мг/л* цинка, 2/10 *мг/л* цинка. Затем их полярографируют точно так же, как и испытуемые растворы при той же чувствительности гальванометра. После этого вычисляют K по нижеприведенной формуле:

$$K = \frac{H}{C},$$

где C — концентрация цинка в эталонном растворе в *мг/л*;

H — высота волны, полученная при полярографировании эталонного раствора при той же чувствительности гальванометра, что и испытуемый раствор, в *мм*.

Примечание. Метод может быть использован также и в случае анализа меди остальных марок. Ход анализа остается таким же за исключением того, что электролит после выпаривания до паров серного ангидрида переносят в мерную колбу емкостью 50 *мл*. При этом содержание серной кислоты и свободного аммиака должно быть увеличено в 2 раза.

Максимально допустимые расхождения между результатами анализа 0,001%.

XII. Определение олова

Определение олова в меди марок М0 и М1

38. Реактивы

а) Смесь кислот (свежеприготовленная): 1 объем крепкой азотной кислоты и 3 объема крепкой соляной кислоты.

б) Хлорное железо, 0,5%-ный раствор. 5 *г* $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ растворяют в 50 *мл* соляной кислоты (разбавленной 1:1) и разбавляют водой до объема 1 *л*.

в) Аммиак, 25%-ный раствор и разбавленный 1:100.

г) Соляная кислота (крепкая и разбавленная 1:1).

д) Свинец в виде пластинки 7×250×1 *мм*.

е) Йод металлический, 0,01 н раствор. Для установления титра раствора чистое олово в количестве 0,25 *г* растворяют в 100 *мл* крепкой соляной кислоты (разбавленной 1:1) с 1—2 каплями брома, переводят раствор в мерную колбу и разбавляют водой до 1 *л*. 50 *мл* полученного раствора переводят в прибор для восстановления; приливают 25 *мл* крепкой соляной кислоты, 25 *мл* раствора хлорного железа и 75 *мл* воды; в раствор помещают свинцовую пластинку 7×250×1 *мм*, свернутую спиралью, и далее поступают, как указано ниже при определении олова.

ж) Крахмал, 0,5%-ный раствор.

з) Йодистый калий, 10%-ный раствор.

и) Углекислый газ (из аппарата Киппа или баллона).

39. Ход анализа

Навеску 50 *г* меди марок М0 и М1, взвешенную с точностью до 0,1 *г* на технических весах, помещают в коническую колбу емкостью 1 *л*, приливают 50 *мл* воды, затем постепенно приливают около 180 *мл* свежеприготовленной смеси кислот.

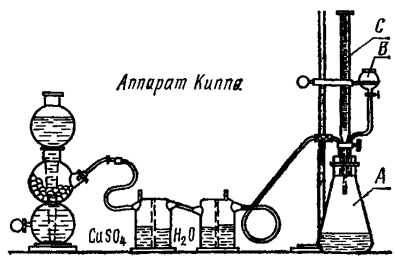
Если к концу растворения реакция замедляется, раствор нагревают. После растворения приливают 350 *мл* воды и 25 *мл* 0,5%-ного раствора хлорного железа, а затем 25%-ного раствора аммиака до перехода солей меди в синий аммиачный комплекс.

Раствор с осадком выдерживают на водяной бане при температуре 70°С и собравшийся в хлопья осадок гидрата окиси железа, содержащий соединения олова, отфильтровывают через фильтр средней плотности. Осадок смывают с фильтра в колбу, в которой производилось осаждение, прибавляют 20 *мл* горячей соляной кислоты (разбавленной 1:1). Фильтр промывают три раза водой, подкисленной соляной кислотой, а затем три-четыре раза горячей водой. К полученному раствору приливают раствор аммиака до выпадения осадка гидрата окиси железа и небольшой избыток его 1—2 *мл*. Раствор с осадком выдерживают при температуре 70°С, осадку дают отстояться и фильтруют через фильтр средней плотности. Осадок на фильтре промывают четыре раза горячей водой,

содержащей аммиак (1 *мл* 25%-ного раствора аммиака на 100 *мл* воды), смывают обратно в колбу и затем растворяют в 20 *мл* горячей соляной кислоты (разбавленной 1:1), собирая фильтрат в колбу, в которой происходило осаждение. Фильтр промывают три раза водой, подкисленной соляной кислотой, а затем три раза горячей водой.

Еще раз осаждают железо и олово раствором аммиака. Фильтруют и промывают, как выше описано, смывают осадок с фильтра небольшим количеством горячей воды в колбу *А* прибора (черт. 4). Растворяют осадок в 10 *мл* крепкой соляной кислоты.

Прибавляют к раствору 15 *мл* крепкой соляной кислоты и разбавляют водой до 125 *мл*. Опускают в раствор свинцовую пластинку, свернутую спиралью, закрывают колбу пробкой (кран воронки *В* должен быть открытым), пропускают через прибор ток углекислого газа и нагревают раствор до кипения; кипятят до обесцвечивания раствора и продолжают кипячение еще 1 *ч* (при кипячении в воронке *В* собирается небольшое количество жидкости, которая служит гидравлическим затвором). Снимают колбу с нагревательного прибора и оставляют охлаждаться под током углекислого газа. После охлаждения раствора приливают к нему через воронку *В* 5 *мл* 10%-ного раствора йодистого калия и 5 *мл* раствора крахмала, затем титруют 0,01 н раствором йода.



Черт. 4

Прибор для титрования (черт. 4) представляет собой коническую колбу емкостью 250 *мл*, закрытую резиновой пробкой с тремя отверстиями, в одно из них вставлена трубка, подводящая углекислый газ из аппарата Киппа, во второе — помещена капельная воронка *В*, кран которой открыт во время пропускания углекислого газа, а в третье отверстие, закрытое во время восстановления стеклянной палочкой, вводят при титровании конец микробюретки *С*.

Углекислый газ, поступающий в прибор для титрования, предварительно очищается пропусканием через две склянки Дрекселя, из которых одна содержит подкисленный раствор сернокислой меди, а другая — воду.

Определение олова в меди марок М2, М3 и М4

40. *Ход анализа*

Определение олова в образцах этих марок проводится так же, как при определении олова в меди марок М0 и М1, с той лишь раз-

ницей, что навеска меди уменьшается до 5 *г*, количество смеси кислот — до 25—30 *мл* и воды для разбавления— до 200 *мл*; взвешивание навески производится с точностью до 0,01 *г*.

Примечание. Для определения количества йода, расходуемого на титрование реактивов, одновременно с анализом проводят контрольный опыт со всеми теми же реактивами, применяющимися при определении олова и взятыми в тех же количествах и в той же последовательности, как и при определении олова в меди. Количество миллилитров йода, израсходованных на титрование контрольного опыта, вычитают из количества миллилитров, идущих на титрование при определении олова в образцах меди.

Максимально допустимые расхождения между результатами анализа 0,01%.

Б. МЕТОД МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЙ

Определение кислорода

41. Отбор образцов

Для металлографического анализа должны отбираться от литого медного слитка или изделия толщиной 2 *мм* и более по два образца, вырезанных в продольном и поперечном направлениях.

Площадь сечения рабочей части шлифа должна быть 10×15 *мм*.

В изделиях площадь сечения шлифа может быть меньше в зависимости от толщины изделия. В слитках литниковая часть анализу не подвергается.

Примечание. Определение кислорода в изделиях толщиной менее 2 *мм* производится на отожжённых образцах от промежуточных в производстве изделий толщин размеров более 2 *мм*.

42. Подготовка шлифов

Шлифы должны подвергаться опиловке напильником, шлифоваться на следующих сортах шлифовальной бумаги: № 1, 1/0, 2/0 и 3/0 и полироваться на сукне до исчезновения рисок и получения зеркальной поверхности.

Готовые шлифы не должны подвергаться травлению.

43. Выбор места на шлифе для анализа

Подготовленные шлифы должны просматриваться под микроскопом при увеличении 200 в продольном и поперечном направлениях.

После просмотра двух шлифов устанавливается в поле зрения микроскопа место, содержащее среднее количество включений закиси меди.

44. Определение содержания кислорода

Избранное место на шлифе в поле зрения окуляра или на матовом стекле микроскопа при увеличении 200 и рассеянном свете должно сравниваться с эталонными микрофотографиями и, таким образом, должно производиться количественное определение содержания кислорода в образце.

При определении кислорода следует строго различать включения закиси меди, имеющие голубовато-серый цвет, от темных неметаллических включений и пор, которые в расчет не должны приниматься.

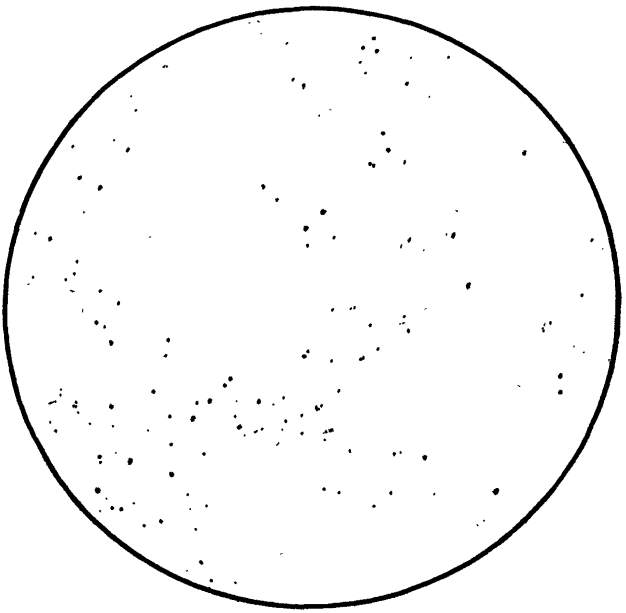
При наличии поляризационного микроскопа указанное место на шлифе просматривается в поляризованном свете. При этом все включения закиси меди принимают рубиново-красный цвет.

Прочие включения, не дающие указанной цветной реакции, при анализе исключаются, что значительно повышает точность определения.

Замена

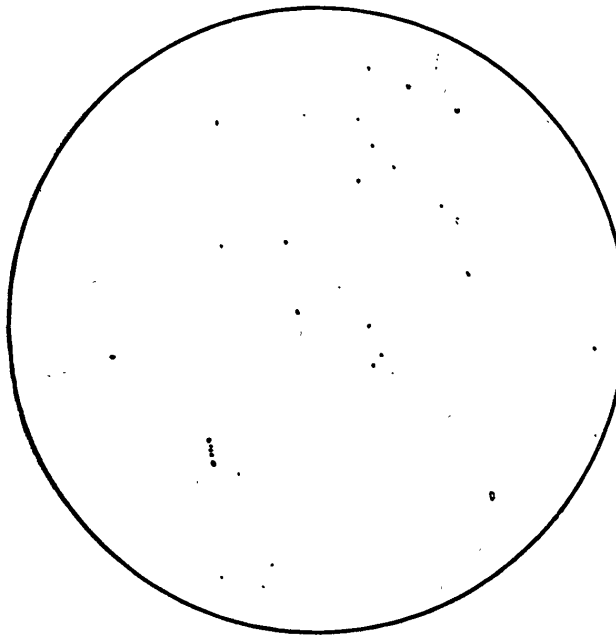
ГОСТ 83—63 введен взамен ГОСТ 83—41
ГОСТ 84—66 введен взамен ГОСТ 84—41.
ГОСТ 200—66 введен взамен ГОСТ 200—41.
ГОСТ 429—66 введен взамен ГОСТ 429—41.
ГОСТ 435—67 введен взамен ГОСТ 435—41.
ГОСТ 859—66 введен взамен ГОСТ 859—41.
ГОСТ 849—56 введен взамен ГОСТ 849—41.
ГОСТ 1089—62 введен взамен ГОСТ 1089—41.
ГОСТ 2053—66 введен взамен ГОСТ 2053—48.
ГОСТ 3118—67 введен взамен ГОСТ 3118—46.
ГОСТ 3640—65 введен взамен ГОСТ 3640—47.
ГОСТ 3760—64 введен взамен ГОСТ 3760—47.
ГОСТ 3765—64 введен взамен ГОСТ 3765—47.
ГОСТ 3768—64 введен взамен ГОСТ 3768—47.
ГОСТ 3769—60 введен взамен ГОСТ 3769—47.
ГОСТ 3770—64 введен взамен ГОСТ 3770—47.
ГОСТ 3773—60 введен взамен ГОСТ 3773—47.
ГОСТ 3778—65 введен взамен ГОСТ 3778—47.
ГОСТ 4111—65 введен взамен ГОСТ 4111—48.
ГОСТ 4112—65 введен взамен ГОСТ 4112—48.
ГОСТ 4147—65 введен взамен ГОСТ 4147—48.
ГОСТ 4173—66 введен взамен ГОСТ 4173—48.
ГОСТ 4217—65 введен взамен ГОСТ 4217—48.
ГОСТ 4139—65 введен взамен ГОСТ 4139—48.
ГОСТ 4159—64 введен взамен ГОСТ 4159—48.
ГОСТ 4204—66 введен взамен ГОСТ 4204—48.
ГОСТ 4232—65 введен взамен ГОСТ 4232—48.
ГОСТ 4223—65 введен взамен ГОСТ 4223—48.
ГОСТ 4229—66 введен взамен ГОСТ 4229—48.
ГОСТ 4201—66 введен взамен ГОСТ 4201—48.
ГОСТ 4328—66 введен взамен ГОСТ 4328—48.
ГОСТ 4329—66 введен взамен ГОСТ 4329—48.
ГОСТ 4461—67 введен взамен ГОСТ 4461—48.
ГОСТ 4527—65 введен взамен ГОСТ 4527—48.
ГОСТ 5817—55 введен взамен ГОСТ 5817—51.
ГОСТ 5828—67 введен взамен ГОСТ 5828—51.

ЭТАЛОН № 1



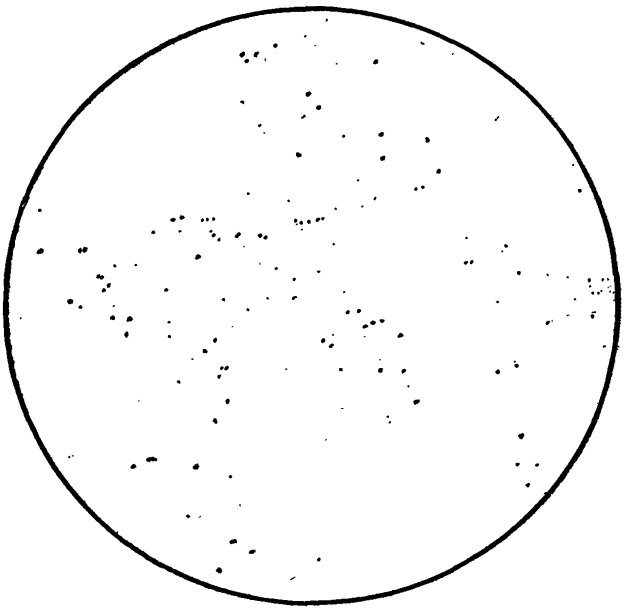
1. Материал — медь деформированная.
2. Увеличение — ×200.
3. Содержание кислорода — 0,003%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 2



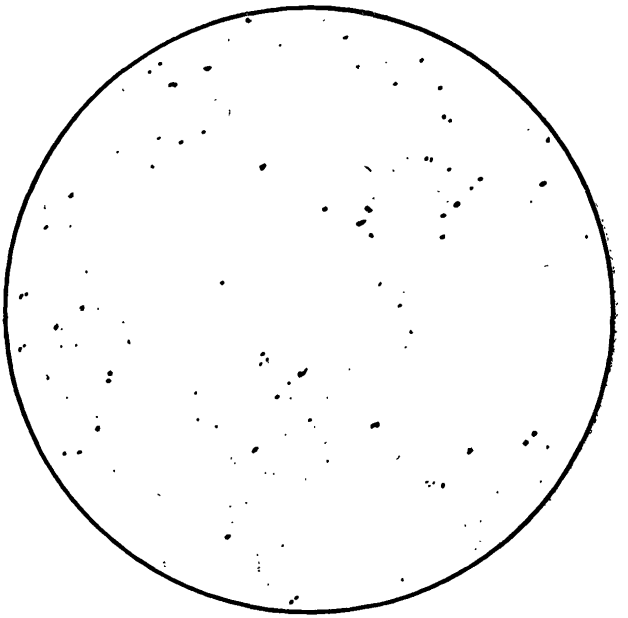
1. Материал — медь деформированная.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,004%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 3



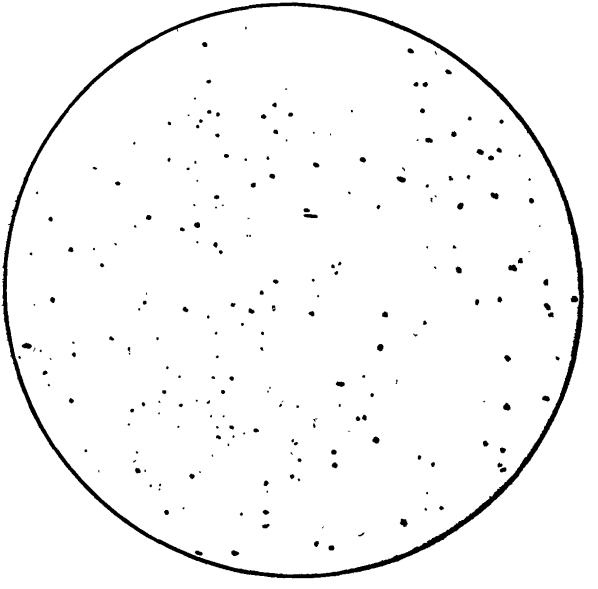
1. Материал — медь деформированная.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,006%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 4



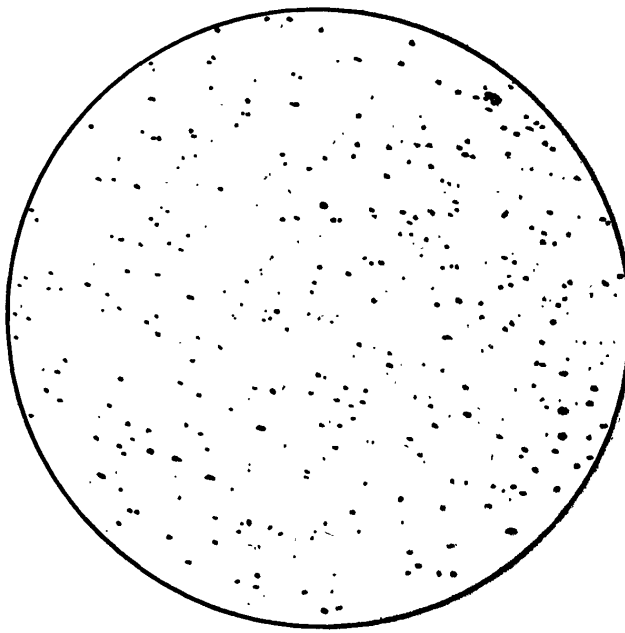
1. Материал — медь деформированная.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,007%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 5



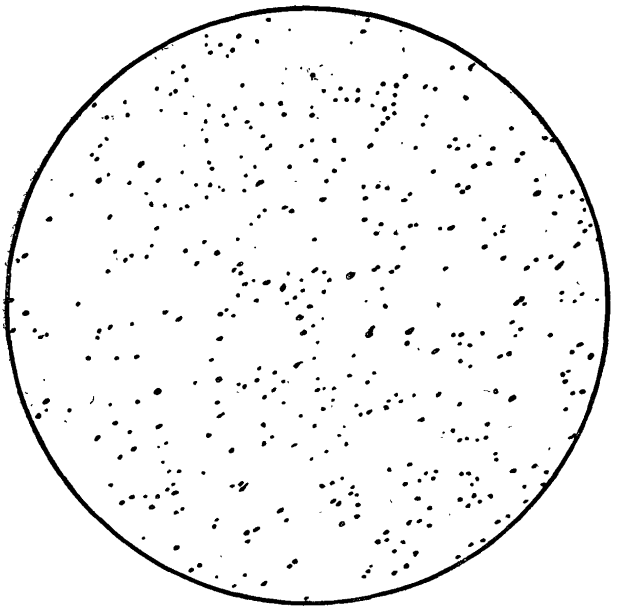
1. Материал — медь деформированная.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,01 %.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 6



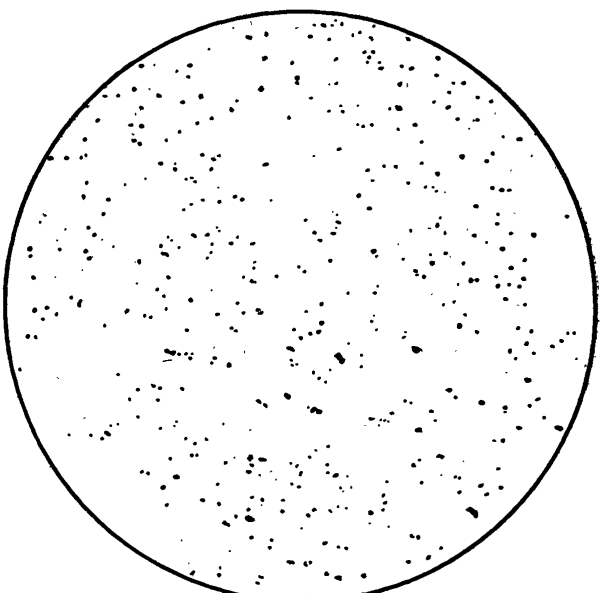
1. Материал — медь деформированная.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,03%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 7



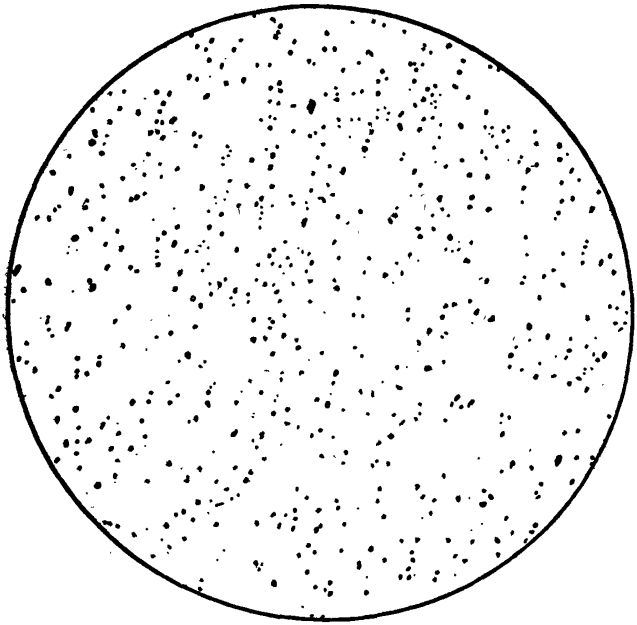
1. Материал — медь деформированная.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,035%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 8



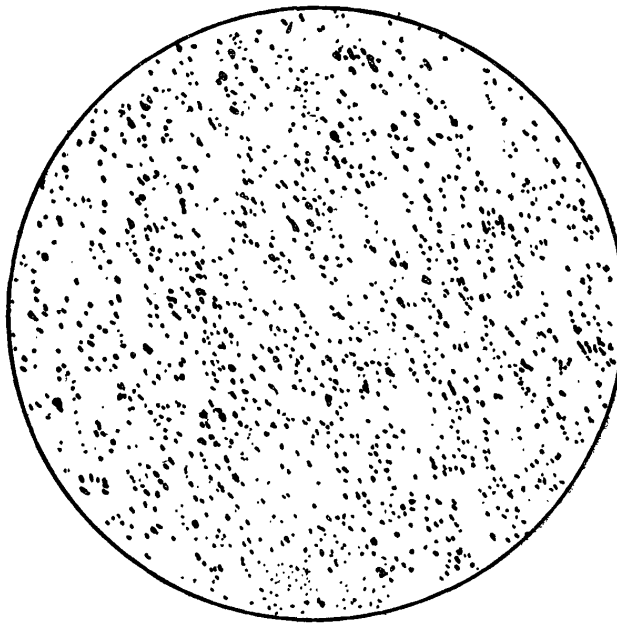
1. Материал — медь деформированная.
2. Увеличение — × 200
3. Содержание кислорода — 0,06%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 9



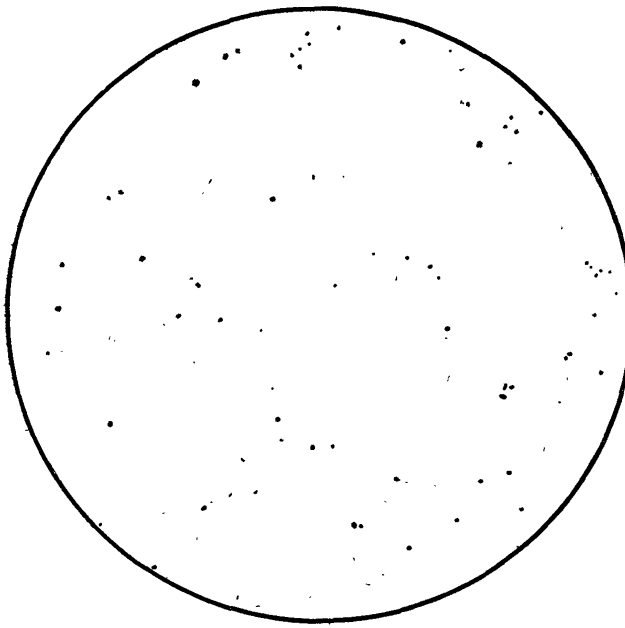
1. Материал — медь деформированная.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,09%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 10



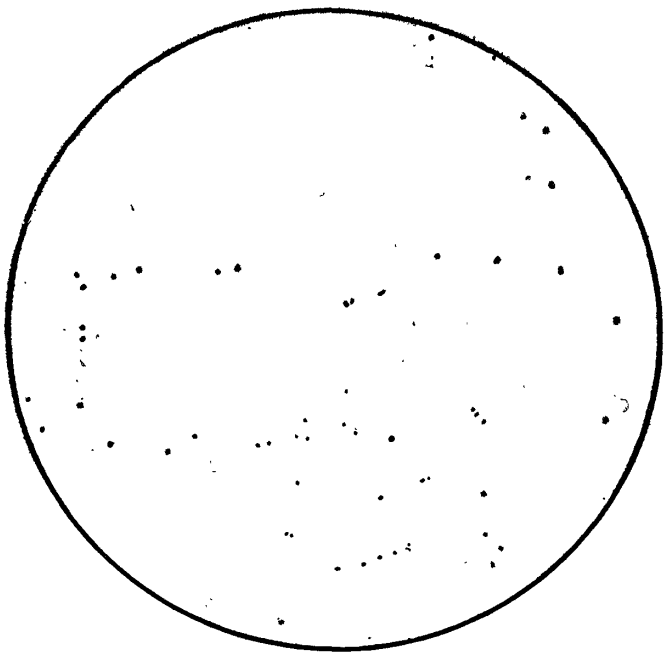
1. Материал — медь деформированная.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,12%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 11



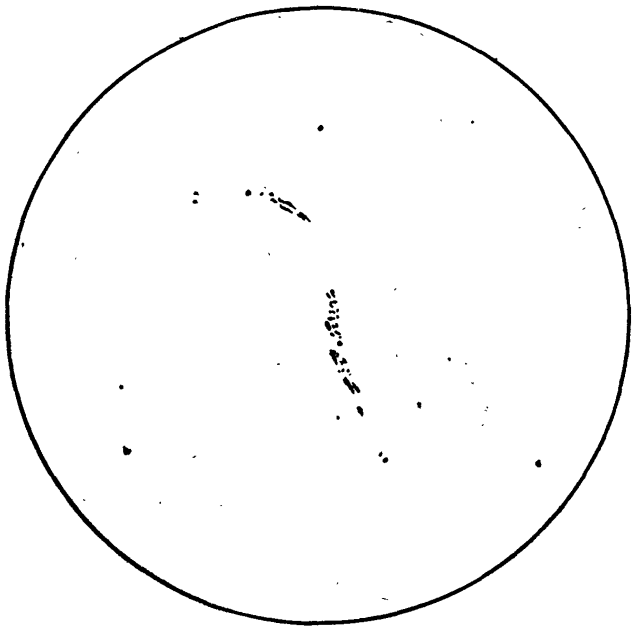
1. Материал — медь литая.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,0035%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 12



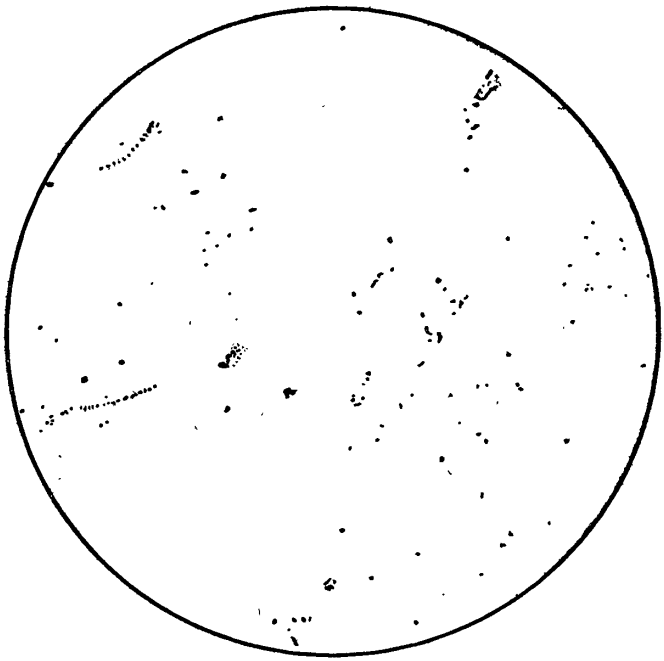
1. Материал — медь литая.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,004%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 13



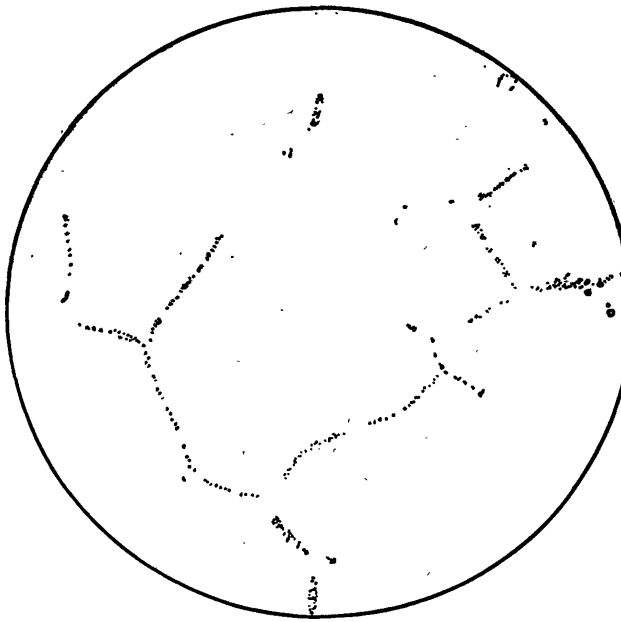
1. Материал — медь литая.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,006%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 14



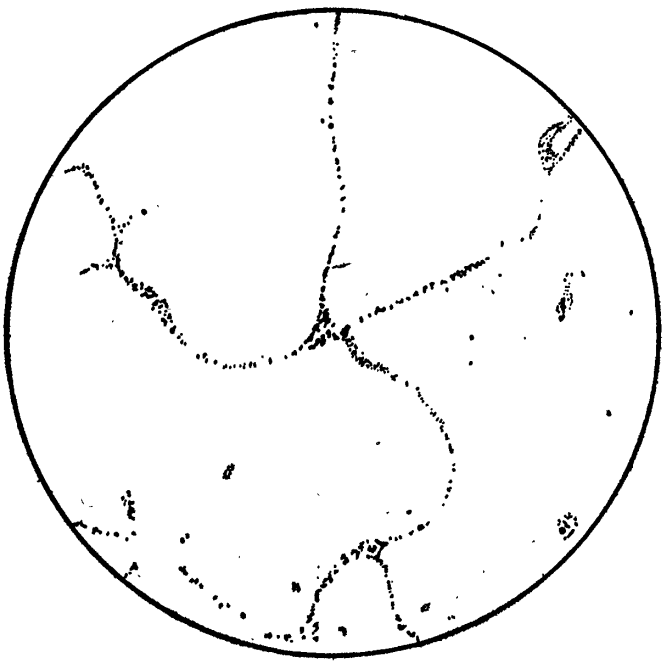
1. Материал — медь литая.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,008%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 15



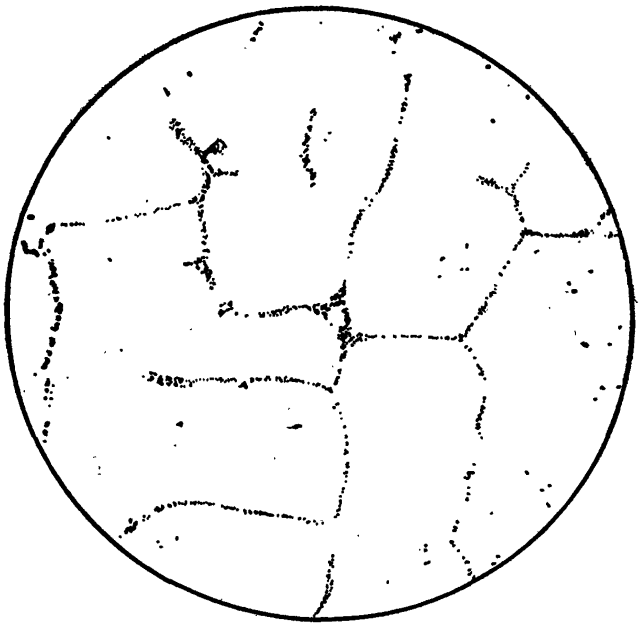
1. Материал — медь литая.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,01%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 16



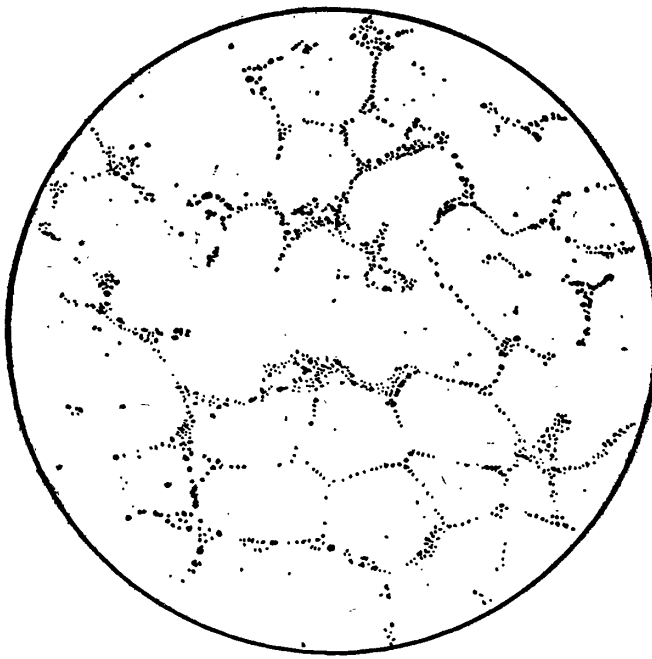
1. Материал — медь литая.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,015%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 17



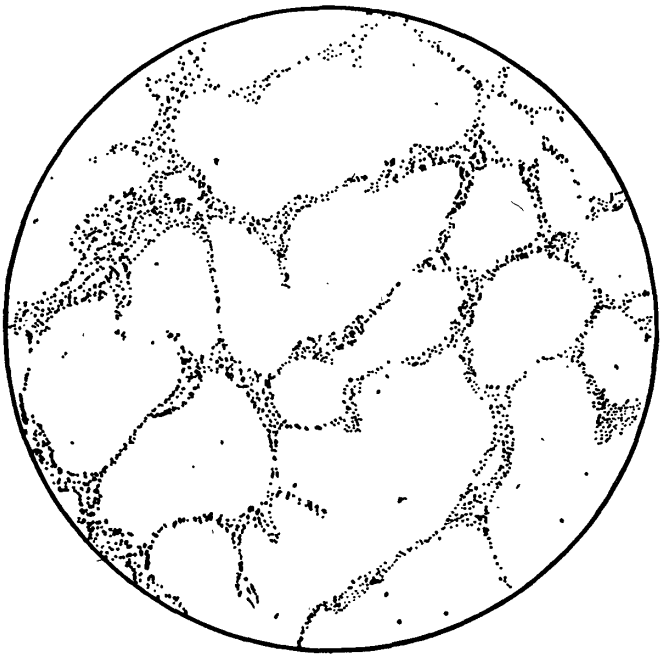
1. Материал — медь литая.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,035%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 18



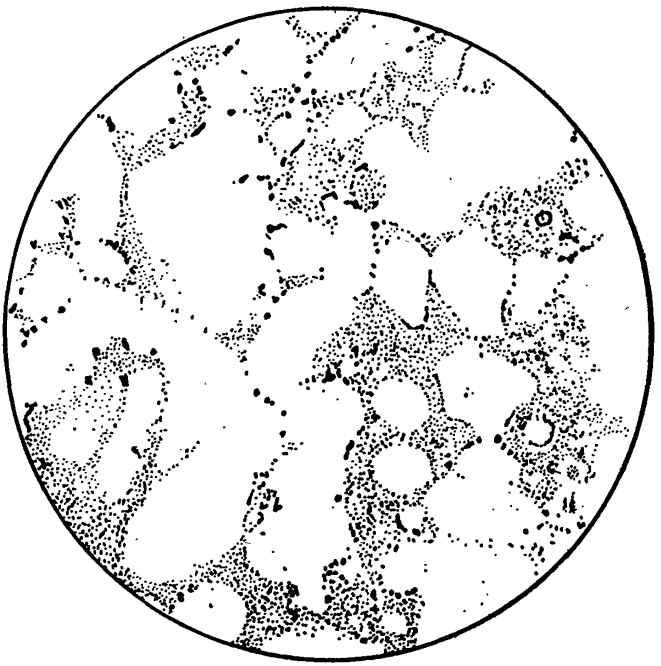
1. Материал — медь литая.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,06%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 19



1. Материал — медь литая.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,09%.
4. Освещение — свет рассеянный.

ЭТАЛОН № 20



1. Материал — медь литая.
2. Увеличение — × 200.
3. Содержание кислорода — 0,15%.
4. Освещение — свет рассеянный.

gost.e-ecolog.ru