ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ

Методы анализа

Издание официальное

Москва
ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
2002

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.35'6:546.56.06:006.354

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Бронзы жаропрочные. Методы анализа» содержит стандарты, утвержденные до 1 марта 2002 г. В стандарты внесены все изменения, принятые до указанного срока.

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

© ИПК Издательство стандартов, 2002

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ

Метод определения меди

ГОСТ 23859.1—79

Bronze fire-resistance.
Method for the determination of copper

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 октября 1979 г. № 3937 срок введения установлен

с 01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический электролитический метод определения меди в жаропрочных медных сплавах.

Метод основан на выделении меди электролизом при силе тока 1,5—2,5 А, взвешивании выделившегося на катоде осадка меди и определении оставшейся в электролите меди методами атомной абсорбции в пламени ацетилен-воздух при длине волны 324,7 нм и фотометрическим с купризоном.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнением: за результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех (двух) параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Электролизная установка с источником питания постоянного тока.

Платиновые электроды по ГОСТ 6563—75.

Шкаф сушильный.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1 и 1:4.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Атомно-абсорбционный спектрометр с лампой с полым катодом на медь.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:4.

Аммоний лимоннокислый, раствор: 150 г лимонной кислоты растворяют в 400 $см^3$ воды, добавляют при перемешивании 100 $см^3$ концентрированного аммиака, охлаждают, добавляют еще 100 $см^3$ аммиака, охлаждают и доливают водой до 1000 $см^3$.

Био-циклогексанон-оксалил-дигидразон (купризон), раствор: 2,5 г купризона растворяют при перемешивании в 900 $см^3$ воды при температуре 60—70 °С. После охлаждения раствор фильтруют в темный стеклянный сосуд, доливают водой до 1000 $см^3$. Раствор годен 10 сут.

Медь по ГОСТ 859—2001 с массовой долей меди не менее 99,9 %.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Издание с Изменениями № 1,2,утвержденными в июне 1985 г.,марте 1990 г. (ИУС 9—85,7—90)

Стандартные растворы меди

Раствор А: 0,5 г меди растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты (1:1), удаляют оксиды азота кипячением, 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: 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. *Для бронз, не содержащих хрома*

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, добавляют 15 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании.

После растворения сплава и удаления окислов азота кипячением, стекло и стенки стакана ополаскивают водой и раствор разбавляют водой до 150 $см^3$. Добавляют 7 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:4, и выделяют медь электролизом. Для этого в раствор погружают взвешенные платиновые электроды, стакан с электролитом накрывают часовым стеклом или специальным органическим стеклом с прорезями для электродов и мешалки и проводят электролиз при перемешивании при силе тока 1,5—2,5 А.

После обесцвечивания раствора стенки стакана, стекло и выступающие части электродов ополаскивают водой, добавляют около 20 $см^3$ воды и продолжают электролиз еще 10—15 мин.

Если на свежепогруженной части катода не выделяется осадок, электролиз считается законченным. В противном случае электролиз ведут еще несколько минут и вновь контролируют полноту выделения меди.

После окончания электролиза, не выключая тока, быстро удаляют стакан с электролитом и ополаскивают катод, погружая поочередно в три стакана с водой, затем с этиловым спиртом. Катод высушивают в сушильном шкафу при 105 °С до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

Одна порция спирта (200 $см^3$) может быть использована для промывки не более 20 электродов.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. *Для бронз, содержащих хром*

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 150—250 $см^3$, добавляют 15 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании.

После растворения навески и удаления окислов азота кипячением, стекло и стенки стакана ополаскивают водой и раствор разбавляют водой до 100 $см^3$. Раствор оставляют на 10 мин в теплом месте и фильтруют через плотный фильтр, уплотненный фильтробумажной массой, в стакан вместимостью 250 $см^3$. Фильтр промывают 7—8 раз горячей азотной кислотой, разбавленной 1:100.

К фильтрату добавляют 7 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:4, и выделяют медь электролизом, как указано в п. 3.1.

3.3. *Для бронз, содержащих хром и кремний*

Навеску бронзы массой 1 г помещают в платиновую чашку, приливают 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 2—3 $см^3$ фтористоводородной кислоты и накрывают крышкой из фторопласта или платины. После растворения навески раствор упаривают до небольшого объема. Затем охлаждают и осторожно приливают 5 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают раствор до начала выделения белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, растворяют соли в 30—40 $см^3$ горячей воды при нагревании, переносят раствор в стакан вместимостью 250—300 $см^3$, приливают 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят до удаления окислов азота, доливают водой до 150 $см^3$ и определяют медь, как указано в п. 3.1.

3.2, 3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Определение остаточной меди в электролите

Электролит после отделения меди выпаривают до объема 80 $см^3$, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

3.4.1. *Определение меди методом атомно-абсорбционной спектрометрии*

3.4.1.1. Измеряют атомную абсорбцию меди в пламени ацетилен-воздух при длине волны 324,7 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика.

3.4.1.2 *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 $см^3$ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 $см^3$ стандартного раствора Б. Во все колбы добавляют по 5 $см^3$ азотной (1:1) и серной (1:1) кислот, доливают до метки водой и измеряют атомную абсорбцию меди, как указано в п. 3.4.1.1. По полученным данным строят градуировочный график.

3.4.2. *Определение меди фотометрическим методом с купризоном*

3.4.2.1. Аликвотную часть раствора 20 $см^3$ помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ раствора лимоннокислого аммония и раствор аммиака (1:4) до слабощелочной реакции, затем добавляют 2 $см^3$ раствора аммиака (1:4), 10 $см^3$ раствора купризона, немедленно доливают до метки водой и перемешивают. pH полученного раствора должен быть 8,5—9,0 по индикаторной бумаге. Через 5 мин, но не позднее 30 мин, измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с оранжевым светофильтром в кювете с толщиной поглощающего слоя 3 см или на спектрофотометре при 600 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.4.2.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 $см^3$ помещают 0,5; 0,75; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 $см^3$ стандартного раствора Б. Во все колбы добавляют по 5 $см^3$ азотной кислоты (1:1), по 10 $см^3$ раствора лимоннокислого аммония и далее анализ проводят, как указано в п. 3.4.2.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий медь. По полученным данным строят градуировочный график.

3.4—3.4.2.2. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю меди (X) при определении оставшейся в электролите меди методом атомно-абсорбционной спектрометрии в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m} + \frac{c \cdot V \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса катода, г;

m_2 — масса катода с выделившейся медью, г;

c — концентрация меди, найденная по градуировочному графику, г/$см^3$;

V — объем раствора электролита, $см^3$;

m — масса навески пробы, г.

4.2. Массовую долю меди (X_1) при определении оставшейся в электролите меди фотометрическим методом в процентах вычислят по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m} + \frac{m_3 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1},$$

где m_1 — масса катода, г;

m_2 — масса катода с выделившейся медью, г;

m_3 — масса меди, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, г;

V — объем раствора электролита, $см^3$;

V_1 — объем аликвотной части раствора, $см^3$.

4.3. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значения допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), равного 0,15 %.

4.4. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости) не должны превышать 0,22 %.

4.5. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз в соответствии с ГОСТ 25086—87.

Разд. 4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru