УДК 669.45.'75 : 546.56.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

Методы определения меди

Lead-antimony alloys. Methods for the determination of copper

ГОСТ 1293.2—83

(СТ СЭВ 3499—81)

ОКП 17 2532

Взамен ГОСТ 1293.2—74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 8 февраля 1983 г. № 706 срок действия установлен

с 01.07.83
до 01.07.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения меди при массовой доле меди от 0,001 до 0,6% в свинцово-сурьмянистых сплавах.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 3499—81 в части фотометрического метода определения меди с купризоном.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа по ГОСТ 1293.0—83.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ С КУПРИЗОНОМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в синий цвет комплексного соединения двухвалентной меди с купризоном при pH 9 и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 595 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1 и 1 : 49.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1 : 1.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

gost.e-ecolog.ru

Купризон (бисциклогексанон-оксалилдигидразон).

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69.

Медь по ГОСТ 859—78, марки М0.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление стандартных растворов меди*

Раствор А: 1 г меди растворяют в 20 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор кипятят до удаления окислов азота, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. После охлаждения раствор доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1,0 мг меди.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг меди.

2.3.2. *Приготовление 0,5%-ного спиртового раствора купризона:* 0,5 г купризона растворяют при нагревании в 100 см³ этилового спирта.

2.3.3. *Приготовление буферного раствора с pH 9:* 300 г лимонной кислоты растворяют в 300 см³ воды, прибавляют 400 см³ раствора аммиака, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

2.3.4. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью 50 см³ каждая приливают 1, 3, 5, 8, 10 и 12 см³ раствора Б, что соответствует 10, 30, 50, 80, 100 и 120 мкг меди. В седьмую колбу раствор Б не приливают. Доводят объем каждого раствора водой до 20 см³ и прибавляют раствор аммиака по каплям до pH 9 по универсальной индикаторной бумаге. Добавляют 10 см³ буферного раствора и 3 см³ раствора купризона. После прибавления каждого реактива растворы перемешивают, затем доводят водой до метки. Через 30—40 мин измеряют оптическую плотность каждого раствора при длине волны 595 нм. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора меди.

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

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты.

После растворения содержимое колбы выпаривают до влажных солей. К остатку добавляют 50 см³ воды и 10 см³ раствора серной кислоты (1 : 1), кипятят 10 мин и оставляют на 2 ч. Раствор фильтруют через плотный фильтр, промывают несколько раз раствором серной кислоты (1 : 49), собирая фильтрат и промывные воды в коническую колбу вместимостью 250 см³, и выпарива-

ют до объема 20 см³. Раствор охлаждают, доводят раствором аммиака до pH 9 по универсальной индикаторной бумаге и добавляют 10 см³ буферного раствора. К полученному раствору прибавляют 2 см³ раствора купризона, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Если массовая доля меди в сплаве превышает 0,01%, фильтрат и промывные воды собирают в коническую колбу вместимостью 250 см³, нейтрализуют раствором аммиака до pH 7 и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³. Из раствора отбирают аликвотную часть, как указано в соответствии с табл. 1. Аликвотную часть раствора переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют раствор аммиака по каплям до pH 9 по универсальной индикаторной бумаге, затем 10 см³ буферного раствора и 2 см³ раствора купризона. После добавления каждого реактива раствор перемешивают. Полученный раствор доводят водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Аликвотная часть анализируемого раствора, см³
До 0,01	Весь раствор
Св 0,01 » 0,1	25
» 0,1 » 0,6	5

Через 30—40 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 595 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу меди находят по градуировочному графику.

2.5. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2 \cdot 10000},$$

где m_1 — масса меди в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг;

V_1 — объем исходного раствора, см³;

m — масса навески сплава, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см³.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P^1=0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,003	0,0002
Св. 0,003 » 0,01	0,0005
» 0,01 » 0,03	0,003
» 0,03 » 0,1	0,007
» 0,1 » 0,3	0,03
» 0,3 » 0,6	0,05

2.5.3. Метод применяют при разногласии в оценке качества сплава.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ С ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТОМ СВИНЦА

3.1. Сущность метода

Метод основан на фотоколориметрическом определении меди по желтой окраске ее диэтилдитиокарбаматного комплекса.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со всеми принадлежностями.

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

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 50%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25%-ный раствор.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67.

Хлороформ (трихлорметан), перегнанный.

Медь по ГОСТ 859—78 марки М0.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. *Приготовление стандартных растворов меди*

Раствор А: 0,1 г меди растворяют в 5 см³ азотной кислоты (1 : 1), разбавляют водой до 50—60 см³, кипятят до полного удаления окислов азота, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг меди.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,002 мг меди.

3.3.2. *Приготовление раствора диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе*

0,2 г уксуснокислого свинца растворяют в 100 см³ воды; 0,2 г диэтилдитиокарбамата натрия также растворяют в 100 см³ воды и отфильтровывают через плотный фильтр. Затем раствор уксуснокислого свинца переводят в делительную воронку вместимостью 300 см³, прибавляют 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата нат-

рия, 10 см³ хлороформа и экстрагируют 1 мин. Если слой хлороформа станет коричневым, его отбрасывают. Экстракцию повторяют до тех пор, пока слой хлороформа станет бесцветным. После этого к содержимому воронки приливают весь раствор диэтилдитиокарбамата натрия, 100 см³ хлороформа и взбалтывают 1 мин. Экстракцию повторяют три раза, добавляя по 100 см³ хлороформа и каждый раз сливая слой хлороформа в сухую мерную колбу вместимостью 1000 см³. Объем в мерной колбе доводят до метки хлороформом и хорошо перемешивают; раствор хранится в темной склянке длительное время.

3.3.3. Для построения градуировочного графика в шесть из семи делительных воронок вместимостью по 100 см³ отбирают 1, 2, 3, 4, 5 и 6 см³ раствора Б, что соответствует 2, 4, 6, 8, 10 и 12 мкг меди. В седьмую воронку раствор не вводят. Приливают во все воронки воды до 20 см³, по 25 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе и встряхивают 1 мин. Экстракты сливают в сухие чистые колбы вместимостью 50 см³. Через 10 мин измеряют оптическую плотность экстрактов в области длин волн 400—450 нм. Раствором сравнения служит вода.

По полученным значениям оптической плотности экстрактов (за вычетом оптической плотности раствора, в который не вводили стандартный раствор меди) и соответствующим им содержаниям меди строят градуировочный график.

3.4. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г при массовой доле меди до 0,02% или 0,5 г при массовой доле меди свыше 0,02% помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют при медленном нагревании в 20 см³ азотной кислоты (1 : 1) с добавлением 2 см³ раствора винной кислоты, накрыв колбу часовым стеклом. Затем снимают часовое стекло, раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 или 500 см³.

Растворы разбавляют водой до метки и перемешивают. В зависимости от массовой доли меди отбирают аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 3 и помещают в делительную воронку вместимостью 100 см³.

Таблица 3

Массовая доля меди, %	Масса навески сплава, г	Объем мерной колбы для разбавления, см³	Аликвотная часть раствора для определения меди, см³
От 0,001 до 0,005	1	100	20
Св. 0,005 » 0,02	1	100	5
» 0,02 » 0,1	0,5	500	10
» 0,1 » 0,6	0,5	500	2

Приливают воды до 20 см³. Из бюретки приливают в ту же делительную воронку 25 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе и встряхивают 1 мин. Органический слой сливают в сухую чистую колбу вместимостью 50 см³ и через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора в области длин волн 400—450 нм.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

Массу меди находят по градуировочному графику.

3.5. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(m - m_1) \cdot V}{m_2 \cdot V_1 \cdot 10000},$$

где m — масса меди в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг;

m_1 — масса меди в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — объем исходного раствора сплава, см³;

m_2 — масса навески сплава, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P^1=0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Изменение № 1 ГОСТ 1293.2—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения меди

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.11.87 № 4205

Дата введения 01.07.88

Заменить код: ОКП 17 2532 на ОКСТУ 1709.

Пункты 2.3.4, 2.4.1 после слов «при длине волны 595 нм» дополнить словами: «на спектрофотометре или в области длин волн 590—610 нм на фотоэлектроколориметре».

(Продолжение см. с. 65)

(Продолжение изменения к ГОСТ 1293.2—83)

Пункт 3.1 дополнить словами: «Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 436 нм».

Пункты 3.3.3, 3.4. Заменить значения: 400—450 нм на «430—455 нм на фотоэлектроколориметре или при длине волны 436 нм на спектрофотометре».

(ИУС № 2 1988 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 1293.2—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения меди

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28.05.98)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2926

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: **(СТ СЭВ 3499—81).**

Вводная часть. Второй абзац исключить.

Пункт 2.2. Заменить ссылку: ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 2.3.1. Первый абзац. Заменить значение и слова: 1 г на 1,0000 г, «окислов азота» на «оксидов азота».

Пункт 2.4.1. Первый абзац. Заменить значение: 1 г на 1,0000 г.

Пункт 2.5.2 изложить в новой редакции:

«2.5.2. Расхождение результатов параллельных определений d (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

(Продолжение см. с. 32)

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Предельное значение погрешности результатов анализа Δ, %	Расхождение результатов параллельных определений d, %	Расхождение результатов анализа D, %
От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0002	0,0003	0,0003
Св. 0,0020 » 0,0050 »	0,0004	0,0005	0,0005
» 0,0050 » 0,010 »	0,0008	0,0010	0,0010
» 0,010 » 0,020 »	0,002	0,002	0,002
» 0,020 » 0,050 »	0,003	0,004	0,004
» 0,050 » 0,10 »	0,006	0,008	0,008
» 0,10 » 0,20 »	0,02	0,02	0,02
» 0,20 » 0,60 »	0,02	0,03	0,03

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предельных значений Δ, приведенных в табл. 2, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности анализа положительные».

Пункт 3.1. Заменить слово: «фотоколориметрическом» на «фотометрическом».

Пункт 3.2. Третий абзац. Заменить слова: «50%-ный раствор» на «раствор 500 г/дм^3»;

четвертый абзац исключить;

шестой абзац дополнить словами: «или углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74».

Пункт 3.3.1. Первый абзац. Заменить значение и слова: 0,1 г на 0,1000 г, «окислов азота» на «оксидов азота».

Пункт 3.3.2. Наименование дополнить словами: «*или четыреххлористом углероде*»; по всему тексту пункта после слов «хлороформа», «хлороформом» дополнить словами: «или четыреххлористого углерода», «или четыреххлористым углеродом».

Пункт 3.3.3. Первый абзац после слов «в хлороформе» дополнить словами: «или четыреххлористом углероде»; заменить слово: «вода» на «хлороформ или четыреххлористый углерод».

Пункт 3.4. Первый абзац. Заменить значение и слова: 1 г на 1,0000 г; 0,5 г на 0,5000 г; «окислов азота» на «оксидов азота»;

(Продолжение см. с. 33)

таблица 3. Графа «Масса навески сплава, г». Заменить значение: 1 на 1,0000; 0,5 на 0,5000;

третий абзац после слов «в хлороформе» дополнить словами: «или четыреххлористом углероде»;

четвертый абзац. Заменить слово: «воду» на «хлороформ или четыреххлористый углерод».

Пункт 3.5.2 изложить в новой редакции:

«3.5.2. Расхождение результатов параллельных определений d (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего ре-

(Продолжение см. с. 34)

зультатов анализа) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предельных значений Δ, приведенных в табл. 2, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности анализа положительные».

(ИУС № 7 2001 г.)

gost.e-ecolog.ru