

ЧУГУН ЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения меди

Alloy cast iron.
Methods for determination of copper

ГОСТ
2604.9—83

Взамен
ГОСТ 2604.9—77

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 8 июля 1983 г. № 3036 срок действия установлен

с 01.07.84
до 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения меди (при массовой доле от 0,05 до 1,0 %), титриметрический метод определения меди (при массовой доле от 1,0 до 4,0 %) и атомно-абсорбционный метод определения меди (при массовой доле от 0,10 до 4,0 %) в легированном чугуне.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2604.0—77.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

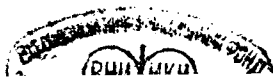
Метод основан на образовании в аммиачном растворе (рН 8,5—9,0) окрашенного в желтый цвет и стабилизируемого желатином комплексного соединения меди (II) с диэтилдитиокарбаматом натрия. Мешающее влияние железа, хрома, никеля, ванадия, молибдена, марганца, алюминия устраняют предварительным отделением меди в виде сульфида серноватистокислым натрием и добавлением лимонной кислоты и трилона Б.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

Переиздание. Март 1986 г.



2604-95
41

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы
Спектрофотометр, спектрофотокolorиметр или фотоэлектроколориметр.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1, 1:4, 1:50.

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

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор: 20 г трилона Б растворяют при слабом нагревании в 100 см³ воды и фильтруют.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 60 %-ный раствор.

Натрия N,N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, 0,5 %-ный раствор, свежеприготовленный.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Медь по ГОСТ 546—79.

Медь серноокислая, стандартные растворы.

Раствор А: 1 г меди растворяют при нагревании в 20—25 см³ азотной кислоты (1:1), прибавляют 30 см³ серной кислоты (1:1), выпаривают до выделения ее паров и охлаждают. Осторожно при постоянном перемешивании добавляют 100 см³ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг меди.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг меди.

Натрий серноватистоокислый по СТ СЭВ 223—75, 30 %-ный раствор.

Калий пироксерноокислый по ГОСТ 7172—76.

Желатин по ГОСТ 11293—78, 1 %-ный раствор, свежеприготовленный.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску чугуна массой 0,2 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250—300 см³, приливают 50 см³ серной кислоты (1:4), накрывают часовым стеклом, растворяют при нагревании. По окончании растворения осторожно приливают 3—5 см³ азотной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. Если чугун не растворяется в серной кислоте, навеску растворяют в 20 см³ соляной кислоты и 10 см³ ортофосфорной кислоты и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. Содержимое стакана или колбы охлаждают, осторожно при перемешивании приливают 80—100 см³ воды, нагревают до растворения солей

и отфильтровывают осадок на фильтр «белая лента». Осадок промывают 7—8 раз горячей серной кислотой (1:50), собирая фильтрат и промывную жидкость в стакан вместимостью 300—400 см³. Фильтр с осадком отбрасывают.

К полученному горячему раствору приливают 40—50 см³ 30 %-ного раствора серноватистокислого натрия и кипятят до полной коагуляции осадка сернистой меди и серы и просветления раствора.

Раствор с осадком охлаждают, осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают 6—8 раз горячей водой. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, высушивают и озоляют. Осадок прокаливают при 500—550 °С и сплавляют с 2—3 г пиросернокислого калия. Плав растворяют в стакане вместимостью 100 см³ в 15—20 см³ соляной кислоты (1:1), добавляя 10—15 см³ воды. Раствор нагревают до полного растворения плава, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через два сухих фильтра «белая лента» в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата. Аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 1 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ 60 %-ного раствора лимонной кислоты, 5 см³ раствора трилона Б, 5 см³ 1 %-ного раствора желатина и 15 см³ водного аммиака и раствор перемешивают. Добавляют 10 см³ 0,5 %-ного раствора диэтилдитиокарбамата натрия, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Объем аликвотной части, см ³	Масса навески чугуна, соответствующая колориметрируемой аликвотной части, <i>m</i> , мг
От 0,05 до 0,15	50	100
Св. 0,15 » 0,30	25	50
» 0,30 » 0,7	10	20
» 0,7 » 1,0	5	10

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при $\lambda = 453$ нм или фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания длин волн от 420 до 490 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта градуировочного графика.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов или колб вместимостью 250—300 см³ помещают по 0,2 г карбонильного железа. В пять стаканов или колб приливают последовательно 2, 4, 8, 12 и 15 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,2; 0,4; 0,8; 1,2 и 1,5 мг меди. Шестой стакан или колба служит для проведения контрольного опыта. Далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1. Для фотометрирования отбирают 10 см³ аликвотной части раствора.

По найденным величинам оптической плотности и соответствующим им значениям концентраций меди строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1} .$$

где m — масса меди, найденная по градуировочному графику, мг;
 m_1 — масса навески чугуна, соответствующая колориметрируемой аликвотной части раствора, мг.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода — по ГОСТ 12355—78.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по ГОСТ 12355—78.

3.3. Проведение анализа — по ГОСТ 12355—78.

3.4. Обработка результатов — по ГОСТ 12355—78 с дополнением, изложенным ниже.

3.4.1. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода — по ГОСТ 12355—78.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по ГОСТ 12355—78.

4.3. Проведение анализа — по ГОСТ 12355—78.

4.4. Обработка результатов — по ГОСТ 12355—78 с дополнением, изложенным ниже.

4.4.1. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,05 до 0,10	0,01
Св. 0,10 » 0,25	0,02
» 0,25 » 0,50	0,04
» 0,5 » 1,0	0,05
» 1,0 » 2,0	0,07
» 2,0 » 4,0	0,10

Дата введения 01.07.89

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «1.2. Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности $P=0,95$) не превышает предела Δ , приведенного в табл. 2, при выполнении следующих условий;

расхождение результатов двух (трех) параллельных измерений не должно превышать (при доверительной вероятности $P=0,95$) значения d_2 (d_3), приведенного в табл. 2;

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли элемента не должно отличаться от аттестованного более чем на допусаемое (при доверительной вероятности $P=0,85$) значение δ , приведенное в табл. 2.

При невыполнении одного из вышеуказанных условий проводят повторные измерения массовой доли меди. Если и при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, измерения прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушения нормального хода анализа.

Расхождение двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях (например, при внутрилабораторном контроле воспроизводимости),

(Продолжение см. с. 48)

не должно превышать (при доверительной вероятности $P=0,95$) значения d_k , приведенного в табл. 2»

Пункт 2.2. Пятый абзац исключить;

седьмой абзац. Заменить значение: 20 на 10;

заменить слова: «60 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 0,15 г/см³»; «0,5-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 0,005 г/см³»; «по ГОСТ 13610—79» на «ос.ч.»;

двенадцатый абзац изложить в новой редакции: «Медь сернокислая; стандартный раствор А с массовой концентрацией меди г/см³ и стандартный раствор Б с массовой концентрацией меди 0,1 мг/см³»;

раствор А. После слов «добавляют 100 см³ воды» дополнить словами: «и нагревают до растворения солей»;

исключить слова: «1 см³ раствора А содержит 1 мг меди», «1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг меди»;

заменить слова: «по СТ СЭВ 223—75, 30 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 0,3 г/см³»; «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см³».

Пункт 2.3.1. Первый абзац. Заменить слова: «и 10 см³ ортофосфорной кислоты и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты» на «(1:1) и 5—10 см³ азотной кислоты; осторожно приливают 15 см³ серной кислоты (1:1) и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты»;

(Продолжение см. с. 49)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2604.9—83)

второй абзац. Исключить слова: «30 %-ного»;

третий абзац. Заменить слова: «Плав растворяют в стакане вместимостью 100 см³ в 15—20 см³ соляной кислоты (1:1), добавляют 10—15 см³ воды» на «Плав выщелачивают в 25—30 см³ соляной кислоты (1:1)»; «5 см³ раствора трилона Б» на «10 см³ раствора трилона Б»; «и раствор перемешивают» на «после прибавления каждого реактива раствор перемешивают»;

исключить слова: «60 %-ного»; «1 %-ного»; «0,5 %-ного»;

таблица 1. Головка. Заменить слово и обозначение: «колориметрируемой» на «фотометрируемой», *m* на *m*₁.

четвертый абзац. Исключить слова: «градуировочного графика».

Пункт 2.3.2. Заменить слова: «10 см³ аликвотной части раствора» на «аликвотную часть раствора 10 см³»; «значениям концентраций» на «массам».

Пункт 2.4.1. Заменить слово: «колориметрируемой» на «фотометрируемой».

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормы контроля точности определения массовой доли меди, приведены в табл 2.

(Продолжение см. с. 50)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2604.9—83)

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %				
	Δ	d_K	d_2	d_3	δ
От 0,05 до 0,10 включ.	0,010	0,012	0,010	0,012	0,006
Св. 0,10 » 0,2 »	0,017	0,021	0,018	0,021	0,011
» 0,2 » 0,5 »	0,026	0,033	0,028	0,034	0,017
» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,02
» 1,0 » 2,0 »	0,05	0,07	0,06	0,07	0,03
» 2,0 » 4,0 »	0,08	0,11	0,09	0,11	0,05

Пункты 3.4.1, 4.4.1 изложить в новой редакции (таблицу 2 исключить):
«Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли меди, приведены в табл. 2».

(ИУС № 3 1989 г.)