Группа В09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЧУГУН ЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения меди

ГОСТ
2604.9—83

Alloy cast iron.
Methods for determination of copper

МКС 77.080.10
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.84

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 28473.

1.2. Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предела А, 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 допускаемое (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 нарушение нормального хода анализа.

Расхождение двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях (например, при внутрилабораторном контроле воспроизводимости), не должно превышать (при доверительной вероятности $P = 0,95$) значения $d_к$, приведенного в табл. 2.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании в аммиачном растворе (pH 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.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр, спектрофотоколориметр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

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

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор: 10 г трилона Б растворяют при слабом нагревании в 100 см³ воды и фильтруют.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор с массовой концентрацией 0,15 г/см³.

Натрия N,N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор с массовой концентрацией 0,005 г/см³, свежеприготовленный.

Железо карбонильное ос. ч.

Медь по ГОСТ 546.

Медь сернокислая; стандартный раствор А с массовой концентрацией меди 1 мг/см³ и стандартный раствор Б с массовой концентрацией меди 0,1 мг/см³.

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 и нагревают до растворения солей. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Натрий сернистокислый, раствор с массовой концентрацией 0,3 г/см³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Желатин по ГОСТ 11293, раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см³, свежеприготовленный.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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 (1:1) и 5—10 см³ азотной кислоты; осторожно приливают 15 см³ серной кислоты (1:1) и выпаривают раствор до появления 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 раствора сернистокислого 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 выщелачивают в 25—30 см³ соляной кислоты (1:1). 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 раствора лимонной кислоты, 10 см³ раствора трилона Б, 5 см³ раствора желатина и 15 см³ водного аммиака, после прибавления каждого реактива раствор перемешивают. Добавляют 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Объем аликвотной части, см³	Масса навески чугуна, соответствующая фотометрируемой аликвотной части m_1, 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.

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 аликвотную часть раствора 10 см³.

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

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

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 фотометрируемой аликвотной части раствора, мг.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли меди приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %				
	Δ	$d_к$	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

2.4.1, 2.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода — по ГОСТ 12355.

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

3.3. Проведение анализа — по ГОСТ 12355.

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

3.4.1. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли меди приведены в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода — по ГОСТ 12355.

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

4.3. Проведение анализа — по ГОСТ 12355.

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

4.4.1. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли меди приведены в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Ю. С. Чернобривенко, Т. А. Бутенко, П. А. Пархоменко, А. С. Гржегоржевский, В. П. Корж, Ж. Б. Куликовская, Б. А. Сорочинский, Л. Н. Новак

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 08.07.83 № 680

3. ВЗАМЕН ГОСТ 2604.9—77

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 546—2001	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 3652—69	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2
ГОСТ 7172—76	2.2
ГОСТ 8864—71	2.2
ГОСТ 10652—73	2.2
ГОСТ 11293—89	2.2
ГОСТ 12355—78	3.1, 3.2, 3.3, 3.4, 4.1, 4.2, 4.3, 4.4
ГОСТ 28473—90	1.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1988 г. (ИУС 3—89)