

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

Издание официальное

БЗ 7—97

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ**
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Донецким государственным институтом цветных металлов (ДонИЦМ); Межгосударственным техническим комитетом МТК 107

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 МГС от 26 апреля 1995 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 2 июня 1997 г. № 204 межгосударственный стандарт ГОСТ 25284.2—95 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1998 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 25284.2—82

© ИПК Издательство стандартов, 1997

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ**Методы определения меди**

Zinc alloys.

Methods for determination of copper

Дата введения 1998—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на цинковые сплавы и устанавливает атомно-абсорбционный (при массовой доле меди от 0,005 до 8 %), йодометрический и электрогравиметрический (при массовой доле меди от 0,5 до 6 %) методы определения меди в пробах этих сплавов.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
- ГОСТ 859—78 Медь. Марки
- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4232—74 Калий йодистый. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 6691—77 Карбамид. Технические условия
- ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия
- ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
- ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректифицированный технический. Технические условия

ГОСТ 25284.0—95 Сплавы цинковые. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 27068—86 Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25284.0.

4 АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции меди при длине волны 324,7 нм в пламени ацетилен-воздух.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 1:1 и 2 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 1:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Медь металлическая по ГОСТ 859.

Стандартные растворы меди

Раствор А: 0,5 г меди растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты, удаляют кипячением оксиды азота, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г меди.

Раствор Б: 25 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 25 см³ раствора (2 моль/дм³) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г меди.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 200 см³ и растворяют в 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1). После растворения пробы добавляют 1 см³ пероксида водорода и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. При массовой доле меди свыше 0,1 % отбирают аликвотную часть раствора в соответствии с таблицей 1, добавляют 20 см³ раствора (2 моль/дм³) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.2 Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ каждая вводят 0,5; 2,0; 4,0;

6,0; 8,0 и 10,0 см³ раствора Б. Во все колбы добавляют по 10 см³ раствора (2 моль/дм³) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор, в который не добавлен стандартный раствор Б, служит раствором контрольного опыта.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Объем аликвотной части раствора, см ³	Масса навески в аликвотной части раствора пробы, г	Вместимость мерной колбы, см ³
От 0,005 до 0,1 включ.	Весь	1	100
Св. 0,1 » 2 »	10	0,1	200
» 2 » 8 »	2	0,02	200

4.3.3 Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию при длине волны 324,7 нм. По полученным значениям атомной абсорбции меди в растворах для построения градуировочного графика и соответствующим им значениям массовой концентрации строят градуировочный график.

Массовую концентрацию меди в растворе пробы и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю меди X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

где c_1 — массовая концентрация меди в растворе пробы, г/см³;

c_2 — массовая концентрация меди в растворе контрольного опыта, г/см³;

V — объем раствора пробы, подготовленный для измерения атомной абсорбции, см³;

m — масса навески пробы или масса навески в аликвотной части раствора пробы, г.

4.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допусаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Массовая доля меди	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений меди	результатов анализа меди
От 0,005 до 0,010 включ.	0,0010	0,0020
Св. 0,01 » 0,03 »	0,0020	0,004
» 0,03 » 0,06 »	0,003	0,006
» 0,06 » 0,15 »	0,005	0,010
» 0,15 » 0,5 »	0,010	0,020
» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,08
» 1,0 » 3,0 »	0,06	0,12
» 3,0 » 8 »	0,12	0,24

5 ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

5.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте, реакции окисления-восстановления двухвалентных ионов меди и йодида калия. Выделившийся при этом свободный йод титруют в присутствии крахмала раствором тиосульфата натрия, который восстанавливает его до йодидионов. Мешающее действие оксида азота устраняют мочевиной.

5.2 Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Калия йодид по ГОСТ 4232, раствор 200 г/дм³.

Мочевина по ГОСТ 6691, насыщенный раствор: 100 г мочевины растворяют в 100 см³ горячей воды.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор 10 г/дм³, свежеприготовленный: 1 г крахмала размешивают в небольшом количестве воды и полученную суспензию медленно вливают в 100 см³ кипящей воды. Кипятят до просветления раствора, охлаждают.

Медь металлическая по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди

Навеску меди массой 1 г растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты (1:1), переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,002 г меди.

Натрия карбонат по ГОСТ 83.

Натрия тиосульфат 5-водный по ГОСТ 27068, раствор 0,1 моль/дм³: 24,8 г тиосульфата натрия 5-водного растворяют в воде, добавляют 3 г безводного карбоната натрия для устойчивости раствора, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор выдерживают в течение двух недель в темном месте, после чего устанавливают массовую концентрацию раствора. Хранят в посуде из темного стекла.

Для установления массовой концентрации тиосульфата натрия 25 см³ стандартного раствора меди помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают и далее поступают, как указано в 5.3.

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия по меди T рассчитывают по формуле

$$T = \frac{m}{V}, \quad (2)$$

где m — масса меди в аликвотной части стандартного раствора меди (т.е. в 25 см³), г;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, см³.

5.2.1 Допускается устанавливать массовую концентрацию по стандартному образцу цинкового сплава. В этом случае в коническую колбу помещают навеску стандартного образца массой 2 г и растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты (1:1) сначала на холоде, а затем при нагревании, далее поступают, как указано в 5.3.

5.3 Проведение анализа

Навеску сплава массой 2 г (для сплавов с массовой долей меди не более 2 %) и 1 г (для сплавов с массовой долей меди свыше 2 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты (1:1) сначала на холоде, а затем при нагревании. После окончания растворения удаляют оксиды азота кипячением, прибавляют 1 см³ раствора мочевины для связывания остаточных оксидов азота, стенки колбы обмывают водой, добавляют 80—100 см³ воды, 20 см³ раствора йодида калия, выдерживают 3—5 мин, титруют раствором тиосульфата натрия до соломенно-желтого цвета, добавляют 5 см³ крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора. Раствор тиосульфата натрия в конце титрования добавляют по каплям, тщательно перемешивая содержимое колбы после добавления каждой капли.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю меди X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, см³;

T — массовая концентрация раствора тиосульфата натрия, выраженная в граммах меди на 1 см³ раствора, г/см³;

m — масса навески пробы, г.

5.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допусаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 2.

6 ЭЛЕКТРОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

6.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте, электролитическом выделении меди из раствора азотной и серной кислот и установлении ее массы.

6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для электролиза.

Мешалка (механическая или магнитная) или вращающийся анод.

Электроды сетчатые платиновые или из упрочненной платиновой лигатуры с металлами той же группы.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:99.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Этанол ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

6.3 Проведение анализа

Навеску сплава массой 5 г помещают в стакан вместимостью 400—600 см³, добавляют 20 см³ воды. Накрывают часовым стеклом и осторожно небольшими порциями добавляют 20 см³ азотной кислоты.

При бурной реакции растворения стакан с пробой охлаждают водой. После окончания процесса растворения снимают часовое стекло, ополоснув его и стенки стакана водой, затем удаляют оксиды азота кипячением и доливают до 200 см³ водой. К раствору при постоянном перемешивании добавляют по каплям аммиак до появления мути из-за образования гидроксида алюминия, добавляют 2 см³ азотной кислоты, 4 см³ раствора серной кислоты и доливают водой до 300 см³. Предварительно взвешивают катод, очищенный в азотной кислоте, промытый в этаноле и высушенный при температуре 105—110 °С в течение 3—5 мин. Вставляют электроды в электролизер, устанавливают стакан с раствором в нужное положение и

доливают водой до полного погружения электродов. Накрывают соответствующей разъемной крышкой или двумя половинками часового стекла и проводят электролиз при плотности тока 2 А/дм^2 и перемешивании раствора. Через 30 мин промывают крышку и стенки стакана струей воды и продолжают электролиз до тех пор, пока не закончится осаждение меди, о чем свидетельствует отсутствие осадка на свежепогруженной поверхности катода. Уменьшают плотность тока до $0,5 \text{ А/дм}^2$ и промывают электроды, погружая их сначала в стакан с раствором азотной кислоты (1:99), а затем с водой. Не выключая тока, извлекают катод из раствора, ополаскивают водой и после отключения тока промывают этанолом. Катод высушивают в течение 5—10 мин при температуре $105\text{—}110^\circ\text{С}$, охлаждают и взвешивают.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю меди X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m} \cdot 100, \quad (4)$$

где m — масса навески, г;

m_1 — масса катода, г;

m_2 — масса катода с выделившейся медью, г.

6.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допустимых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 2.

УДК 669.55:543.06:006.354 МКС 71.040.40 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: цинковые сплавы, медь, атомно-абсорбционный метод, длина волны, йодометрический метод, электрогравиметрический метод

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.09.97. Подписано в печать 12.11.97.
Усл.печ.л. 0,70. Уч.-изд.л. 0,50. Тираж 318 экз. С 1006. Зак. 732

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102