

# БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ

## Методы анализа

Издание официальное

### 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».

**БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ****Метод определения меди**

Bronze fire-resistance.  
Method for the determination of copper

**ГОСТ**  
**23859.1—79**

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**

Электролитная 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<sup>3</sup> воды, добавляют при перемешивании 100 см<sup>3</sup> концентрированного аммиака, охлаждают, добавляют еще 100 см<sup>3</sup> аммиака, охлаждают и доливают водой до 1000 см<sup>3</sup>.

Био-циклогексанон-оксалил-дигидразон (купризон), раствор: 2,5 г купризона растворяют при перемешивании в 900 см<sup>3</sup> воды при температуре 60—70 °С. После охлаждения раствор фильтруют в темный стеклянный сосуд, доливают водой до 1000 см<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), удаляют оксиды азота кипячением, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г меди.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, добавляют 15 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>. Добавляют 7 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>) 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<sup>3</sup>, добавляют 15 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>. Раствор оставляют на 10 мин в теплом месте и фильтруют через плотный фильтр, уплотненный фильтробумажной массой, в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Фильтр промывают 7—8 раз горячей азотной кислотой, разбавленной 1:100.

К фильтрату добавляют 7 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, 2—3 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и накрывают крышкой из фторопласта или платины. После растворения навески раствор упаривают до небольшого объема. Затем охлаждают и осторожно приливают 5 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают раствор до начала выделения белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, растворяют соли в 30—40 см<sup>3</sup> горячей воды при нагревании, переносят раствор в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят до удаления окислов азота, доливают водой до 150 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

##### 3.4.1. Определение меди методом атомно-абсорбционной спектроскопии

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<sup>3</sup> помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б. Во все колбы добавляют по 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого аммония и раствор аммиака (1:4) до слабощелочной реакции, затем добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора аммиака (1:4), 10 см<sup>3</sup> раствора купризона, немедленно доливают до метки водой и перемешивают. рН 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<sup>3</sup> помещают 0,5; 0,75; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б. Во все колбы добавляют по 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), по 10 см<sup>3</sup> 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 спектроскопии 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<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора электролита, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы, г.

4.2. Массовую долю меди ( $X_1$ ) при определении оставшейся в электролите меди фотометрическим методом в процентах вычисляют 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<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>.

4.3. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значения допустимых 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).