

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ**Методы определения меди**

Titanium alloys.
Methods for the determination of copper

ГОСТ**19863.14—91**

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле от 0,01 до 0,4%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,01 до 5,0%) методы определения меди.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ**2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и бромфтористоводородной кислот, образовании при pH 9 синего комплексного соединения меди с купризоном и измерении оптической плотности раствора при длине волны 595 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³ и раствор 2 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см³ и раствор 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота бромфтористоводородная: к 280 см³ фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

борной кислоты и перемешивают. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 100 г/дм³ и 0,5 моль/дм³.

Аммоний лимоннокислый по ТУ 6-09-01-768, раствор 200 г/дм³.

Индикатор нейтральный красный, раствор 0,5 г/дм³.

Буферный раствор борнокислого натрия, рН 9; 13,45 г борной кислоты помещают в стакан вместимостью 500 см³, приливают 350 см³ воды и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают 65 см³ раствора гидроксида натрия 0,5 моль/дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300, раствор 1 : 1.

Бис-(циклогексанон)-оксалилдигидразон (купризон) по ТУ 6-09-14-1380, раствор 5 г/дм: 0,25 г купризона помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 40 см³ раствора этилового спирта, доливают раствором спирта до метки и перемешивают.

Медь по ГОСТ 859 марки М00.

Стандартные растворы меди

Раствор А: 0,5 г меди помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 25 см³ раствора азотной кислоты, растворяют сначала при комнатной температуре, затем нагревают до полного растворения навески и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г меди.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г меди.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы согласно табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ раствора соляной кислоты, 1,5 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Масса навески пробы, г
От 0,01 до 0,10 включ.	1
Св. 0,10 » 0,25 »	0,5
» 0,25 » 0,40 »	0,25

В раствор добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски, затем в избыток 2—3 капли, кипятят 2—3 мин, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.2. Аликвотную часть раствора 5 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 8 см³ раствора лимоннокислого аммония, добавляют одну каплю раствора нейтрального красного и из бюретки медленно, при перемешивании приливают раствор гидроксида натрия 100 г/дм³ до изменения окраски индикатора из красной в бледно-желтую и 1 см³ раствора гидроксида натрия в избыток. Приливают 5 см³ буферного раствора с рН 9, 1 см³ раствора купризона, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.3. Оптическую плотность раствора измеряют через 5 мин при длине волны 595 нм в кювете с толщиной фотометрируемого слоя 50 мм. Раствором сравнения служит вода.

Из оптической плотности раствора пробы вычитают оптическую плотность раствора контрольного опыта, который готовят по пп. 2.3.1 и 2.3.2 со всеми реактивами, используемыми в анализе.

Массовую долю меди рассчитывают по градуировочному графику.

2.3.4. Построение градуировочного графика

В семь из восьми мерных колб вместимостью по 50 см³ отмеряют 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000002; 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025; 0,00003 г меди, приливают по 8—10 см³ воды и продолжают по пп. 2.3.2 и 2.3.3. Раствором сравнения служит раствор, в который не введена медь.

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

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где m — масса меди в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,030 включ.	0,005	0,007
Св. 0,030 » 0,100 »	0,007	0,012
» 0,100 » 0,250 »	0,015	0,025
» 0,250 » 0,400 »	0,025	0,035

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и борофтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции меди при длине волны 324,8 нм в пламени ацетилен — воздух.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для меди.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³, растворы 2 : 1 и 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см³ и раствор 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

• Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота борофтористоводородная: к 280 см³ фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Растворы титана

Раствор А, 20 г/дм³: 4 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 160 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 8 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют 2 см³ азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Б, 10 г/дм³: 1 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 80 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 4 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют двадцать капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят

в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Медь по ГОСТ 859 марки М0.

Стандартные растворы меди

Раствор А: 1 г меди растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты при умеренном нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г меди.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г меди.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой согласно табл. 3 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 1 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения пробы добавляют 5—10 капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью согласно табл. 3, добавляют раствор соляной кислоты 1 : 1 согласно табл. 3, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Массовая доля меди, %	Масса навески пробы, г	Вместимость мерной колбы, см ³	Объем добавляемого раствора соляной кислоты 1 : 1, см ³
От 0,01 до 0,1 включ.	0,5	100	2
Св. 0,1 » 5,0 »	0,25	250	5

3.3.2. При массовой доле меди свыше 1,0 до 5,0% аликвотную часть раствора, равную 20 см³, отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.3. Раствор контрольного опыта готовят по пп. 3.3.1, 3.3.2.

3.3.4. Построение градуировочного графика

3.3.4.1. При массовой доле меди от 0,01 до 0,1%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора титана А, в пять из них отмеряют 0,5; 1,5; 3,0; 4,5; 6,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,00015; 0,0003; 0,00045; 0,0006 г меди.

3.3.4.2. При массовой доле меди свыше 0,1 до 1,0%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 10 см³ раствора титана Б, в пять из них отмеряют 1,0; 2,5; 5,0; 7,5;

10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,00025; 0,0005; 0,00075; 0,001 г меди.

3.3.4.3. При массовой доле меди свыше 1,0 до 5,0%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 2 см³ раствора титана Б, в пять из них отмеряют 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,001 г меди.

3.3.4.4. К растворам в колбах, приготовленным по пп. 3.3.4.1, 3.3.4.2, 3.3.4.3, добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.5. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен — воздух (окислительное) и измеряют атомную абсорбцию меди при длине волны 324,8 нм.

По полученным значениям атомных абсорбций и соответствующим им массовым концентрациям меди строят градуировочный график в координатах «Значение атомного поглощения — Массовая концентрация меди, г/см³».

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

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

где C_1 — массовая концентрация меди в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — массовая концентрация меди в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

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

3.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,025 включ.	0,003	0,005
Св. 0,025 » 0,050 »	0,005	0,007
» 0,050 » 0,100 »	0,010	0,015

Продолжение табл. 4

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
Св. 0,100 до 0,250 включ.	0,015	0,020
» 0,250 » 0,500 »	0,025	0,030
» 0,50 » 1,00 »	0,05	0,07
» 1,00 » 2,50 »	0,10	0,15
» 2,50 » 5,00 »	0,15	0,20

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; **В. А. Мошкин**, канд. техн. наук; **Г. И. Фридман**, канд. техн. наук; **Л. А. Тенякова**; **М. Н. Горлова**, канд. хим. наук; **Л. В. Антоненко**; **О. Л. Скорская**, канд. хим. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 5.05.91 № 626

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. Периодичность проверки — 5 лет

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 859—78	2.2; 3.2
ГОСТ 31118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4328—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 9656—75	2.2; 3.2
ГОСТ 10484—78	2.2; 3.2
ГОСТ 17746—79	3.2
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 25086—87	1.1
ТУ 6-09-14-1380—77	2.2
ТУ 6-09-01-768—89	2.2