



**ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР**

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

**ГОСТ 15027.1-77 — ГОСТ 15027.14-77
[СТ СЭВ 1527-79 — СТ СЭВ 1542-79]**

Издание официальное

Цена 60 коп.



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва**

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Метод определения меди

ГОСТ

15027.1-77

Non-tin bronze.
Method for the determination of copper.

[СТ СЭВ 1527-79]

ОКСТУ 1709

Срок действия

с 01.01.79

до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический электролитический метод определения меди в безоловянных бронзах по ГОСТ 18175-78, ГОСТ 17328-78 и ГОСТ 493-79.

Метод основан на выделении меди электролизом при силе тока 1,5-2А, 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. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086-87 с дополнением: за результат анализа принимают среднее арифметическое трех (двух) параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Электролизная установка с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТ 6563-75.

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для меди.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77 и разбавленная 1:1 и 1:2.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484-78.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77 и разбавленная 1:1, 1:4, 1:50 и 1:99.

Гидразин серноокислый по ГОСТ 5841—74, раствор 10 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Аммоний серноокислый по ГОСТ 3769—78.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

Кислота борная по ГОСТ 18704—78.

Смесь для растворения I; готовят следующим образом: к 600 см³ раствора азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, добавляют 40 см³ фтористоводородной кислоты, 15 г борной кислоты, перемешивают и доливают водой до 1000 см³. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

Кислота лимонная по ГОСТ 10484—78.

Кислота сульфаминовая по ГОСТ 4478—78, раствор 100 г/дм³.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Смесь для растворения II, готовят смешиванием девяти объемов бромистоводородной кислоты с одним объемом брома.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1 : 4.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, раствор 10 г/дм³.

Лимоннокислый аммоний, раствор; готовят следующим образом: 150 г лимонной кислоты растворяют в 400 см³ воды, добавляют при перемешивании 100 см³ концентрированного раствора аммиака, охлаждают, добавляют еще 100 см³ аммиака, охлаждают и доливают водой до объема 1000 см³.

Бис—циклогексанон—оксалил—дигидразон (купризон), раствор; готовят следующим образом: 2,5 купризона растворяют при перемешивании в 900 см³ воды при температуре 60—70°C.

После охлаждения раствор фильтруют в темный стеклянный сосуд, доливают водой до объема 1000 см³. Раствор годен 10 дней.

Медь по ГОСТ 859—78 с массовой долей меди не менее 99,9%.

Стандартные растворы меди.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г меди растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, удаляют окислы азота кипячением, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г меди.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г меди.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Для сплавов, не содержащих олова, свинца и кремния

Навеску бронзы массой 0,5—1 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, добавляют 15 см³ азотной кислоты, разбав-

ленной 1 : 1, накрывают часовым стеклом и растворяют без нагревания, а затем при нагревании. После растворения навески и удаления окислов азота кипячением обмывают стекло и стенки стакана водой, разбавляют раствор водой до 100—150 см³, приливают 7 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 4, и выделяют медь электролизом.

Электролиз ведут при силе тока 1,5—2 А и напряжении 2,5 В при перемешивании.

Для сплавов с массовой долей железа или марганца свыше 1% добавляют во время электролиза небольшими порциями 1,0—1,5 см³ раствора сернокислого гидразина.

После обесцвечивания раствора стенки стакана и выступающие части электродов обмывают водой, добавляют около 20 см³ воды и продолжают электролиз еще в течение 10—15 мин. Если на погруженной части катода медь не выделилась, электролиз считают законченным. В противном случае электролиз ведут еще 30 мин и вновь контролируют полноту выделения меди.

По окончании электролиза, не выключая тока, ополаскивают электроды из промывалки водой. Затем выключают ток и промывают катод с медью, погружая его поочередно в три стакана с дистиллированной водой, затем погружают в стакан с этиловым спиртом. Катод высушивают при (100±5)°С до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Для сплавов, содержащих кремний

Навеску бронзы массой 1 г помещают в платиновую чашку, приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, 2—3 см³ фтористоводородной кислоты и накрывают крышкой из фторопласта или платины. После растворения выпаривают до небольшого объема (до получения влажных солей).

Затем приливают 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выпаривают раствор до выделения белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, растворяют соли в 30—40 см³ холодной воды, раствор нагревают, переносят в стакан вместимостью 250—300 см³, доливают водой до 100—150 см³, приливают 8 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выделяют медь электролизом, как указано в п. 3.1.

3.3. Для сплавов, содержащих олово

Навеску бронзы массой 1 г помещают во фторопластовый стакан вместимостью 250 см³, добавляют 6—8 капель (0,4—0,5 см³) фтористоводородной кислоты, 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, накрывают крышкой (пластинкой) из фторопласта или платины и растворяют без нагревания, а затем при нагревании. Крышку и стенки стакана обмывают водой и нагревают до кипения, затем разбавляют водой до 150 см³ и проводят электролиз, как указано в п. 3.1.

3.4. Для сплавов, с массовой долей свинца от 0,8 до 2%

Навеску бронзы массой 1 г растворяют в 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, в стакане вместимостью 250—300 см³, накрытом часовым стеклом, при нагревании. После растворения навески и удаления окислов азота кипячением обмывают стекло и стенки стакана водой, разбавляют раствор водой до 100—150 см³ и проводят электролиз, применяя сетчатые цилиндрические электроды, через 15—20 мин прибавляют 7 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 4, и продолжают электролиз, как указано в п. 3.1.

3.5. Для сплавов с массовой долей свинца свыше 20%

Навеску бронзы массой 1 г растворяют в 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 2, в стакане вместимостью 250—300 см³, накрытом часовым стеклом, при нагревании. После растворения навески обмывают стекло и стенки стакана 50 см³ воды, приливают тонкой струей 5—6 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 4 (при постоянном перемешивании стеклянной палочкой), прибавляют 2 г сернокислого аммония и отстаивают раствор в течение 3—4 ч. Осадок сернокислого свинца отфильтровывают на плотный фильтр и промывают его 5—6 раз серной кислотой, разбавленной 1 : 50.

Из фильтрата выделяют медь электролизом, как указано в п. 3.1.

3.6. Для сплавов, с массовой долей сурьмы до 0,05%

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 25 см³ смеси для растворения I и растворяют при осторожном нагревании. Выдерживают раствор 1 ч при 90°C, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 50 см³ воды, аммиак до появления осадка, азотную кислоту, разбавленную 1 : 1, до растворения осадка и сверх того 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, добавляют 10 см³ раствора сульфаминовой кислоты, разбавляют водой до 150 см³ и проводят электролиз, как указано в п. 3.1.

3.7. Для сплавов, с массовой долей сурьмы свыше 0,05%

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³ и растворяют в 15 см³ смеси для растворения II при осторожном нагревании. После растворения раствор выпаривают досуха. Затем еще два раза добавляют 15 см³ смеси для растворения II и раствор каждый раз выпаривают досуха. К сухому остатку добавляют 10 см³ азотной кислоты и раствор выпаривают до сиропообразного состояния. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты.

Остаток охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и снова упаривают до появления белого дыма серной кислоты. К охлажденному остатку добавляют 50 см³ воды, нагревают до растворения солей, охлаждают и в случае появления осадка отфильтровывают на плотный фильтр и промывают 3—4 раза серной кислотой, разбавленной 1:99. Осадок отбрасывают, к фильтрату добавляют 10 см³ прокипяченной азотной кислоты, разбавленной 1:1, 10 см³ раствора сульфаминовой кислоты, воды до объема 100—150 см³ и проводят электролиз, как указано в п. 3.1.

3.8. Определение остаточной меди в электролите

Электролит, после отделения меди, выпаривают до объема 40 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

3.8.1. Определение меди методом атомно-абсорбционной спектроскопии

3.8.1.1. Измеряют атомную абсорбцию меди в пламени ацетилен—воздух при длине волны 324,7 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика.

3.8.2. Построение градуировочного графика

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б меди. Во все колбы добавляют по 5 см³ азотной, разбавленной 1:1, и серной, разбавленной 1:1, кислот, доливают водой до метки и измеряют атомную абсорбцию меди, как указано в п. 3.8.1.1. По полученным данным строят градуировочный график.

3.8.3. Определение меди фотометрическим методом с купризом

3.8.3.1. Аликвотную часть электролита — 50 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают 10 см³ раствора лимоннокислого аммония и раствор аммиака, разбавленный 1:4, до слабощелочной реакции, затем добавляют 2 см³ раствора аммиака, разбавленного 1:4, 10 см³ раствора куприза, немедленно доливают до метки водой и перемешивают. рН полученного раствора должен быть 8,5—9,0. Через 5 мин, но не позднее 30 мин, измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с оранжевым светофильтром в кювете длиной 3 см или на спектрофотометре при длине волны 600 нм в кювете длиной 1 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.8.4. Построение градуировочного графика

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,5; 0,75; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см³ стандартного раствора Б меди.

Во все колбы добавляют по 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 10 см³ раствора лимоннокислого аммония и далее проводят анализ, как указано в п. 3.8.3.1.

По полученным данным строят градуировочный график. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий меди.

3.6—3.8.4. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю меди (X) в процентах в случае определения оставшейся в электролите меди методом атомно-абсорбционной спектроскопии вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m} + \frac{C \cdot V \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора электролита, см³;

m_1 — масса катода, г;

m_2 — масса катода с выделившейся медью, г;

C — концентрация меди, найденная по градуировочному графику, г/см³;

m — масса навески, г.

4.2. Массовую долю меди (X) в процентах в случае определения оставшейся в электролите меди фотометрическим методом вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m} + \frac{m_1 V \cdot 100}{m V_1},$$

где V — объем раствора электролита, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

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, г.

4.3. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в таблице.

Массовая доля меди, %	d , %	D , %
От 50 до 80	0,15	0,4
Св. 80	0,20	0,5

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при разных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в таблице.

4.5. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, в соответствии с ГОСТ 25086—87.

4.4, 4.5. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**ИСПОЛНИТЕЛИ**

Ю. Ф. Шевакин, д-р. техн. наук; Н. В. Егизарова; И. А. Воробьева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.77 № 1614**3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.1—69****4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1527—79****5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 493—79	Вводная часть
ГОСТ 859—78	Разд. 2
ГОСТ 2062—77	Разд. 2
ГОСТ 3760—79	Разд. 2
ГОСТ 3769—78	Разд. 2
ГОСТ 4109—79	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 4478—78	Разд. 2
ГОСТ 5841—74	Разд. 2
ГОСТ 6691—77	Разд. 2
ГОСТ 10484—78	Разд. 2
ГОСТ 17328—78	Вводная часть
ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 18704—78	Разд. 2
ГОСТ 25086—87	1.1, 4,5

6. Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 25.03.88 № 758**7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1988 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)**