

## ЧУГУН ЛЕГИРОВАННЫЙ

## Методы определения меди

Alloy cast iron.  
Methods for determination of copper

ГОСТ  
2604.9—83

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  $\delta$ , 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  $d_x$ , приведенного в табл. 2.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

## 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

## 2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании в аммиачном растворе (рН 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 сернистой кислотой натрия и добавлением лимонной кислоты и трилона Б.

## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр, спектрофотокориметр или фотозлектрокориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

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

## С. 2 ГОСТ 2604.9—83

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 см<sup>3</sup> воды и фильтруют.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор с массовой концентрацией 0,15 г/см<sup>3</sup>.

Натрия N,N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор с массовой концентрацией 0,005 г/см<sup>3</sup>, свежеприготовленный.

Железо карбонильное ос. ч.

Медь по ГОСТ 546.

Медь сернокислая; стандартный раствор А с массовой концентрацией меди 1 мг/см<sup>3</sup> и стандартный раствор Б с массовой концентрацией меди 0,1 мг/см<sup>3</sup>.

Раствор А: 1 г меди растворяют при нагревании в 20—25 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), прибавляют 30 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1), выпаривают до выделения ее паров и охлаждают. Осторожно при постоянном перемешивании добавляют 100 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

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.

Натрий серноватистокислый, раствор с массовой концентрацией 0,3 г/см<sup>3</sup>.

Калий пироксернокислый по ГОСТ 7172.

Желатин по ГОСТ 11293, раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), накрывают часовым стеклом, растворяют при нагревании. По окончании растворения осторожно приливают 3—5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. Если чугун не растворяется в серной кислоте, навеску растворяют в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) и 5—10 см<sup>3</sup> азотной кислоты; осторожно приливают 15 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. Содержимое стакана или колбы охлаждают, осторожно при перемешивании приливают 80—100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>. Фильтр с осадком отбрасывают.

К полученному горячему раствору приливают 40—50 см<sup>3</sup> раствора серноватистокислового 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 прокалывают при 500—550 °С и сплавляют с 2—3 г пироксернокислого калия. Плав выщелачивают в 25—30 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1). Раствор нагревают до полного растворения плава, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора лимонной кислоты, 10 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 5 см<sup>3</sup> раствора желатина и 15 см<sup>3</sup> водного аммиака, после прибавления каждого реактива раствор перемешивают. Добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата натрия, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Объем аликвотной части, см <sup>3</sup>	Масса навески чугуна, соответствующая фотометрируемой аликвотной части $m$ , 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 см<sup>3</sup> помещают по 0,2 г карбонильного железа. В пять стаканов или колб приливают последовательно 2, 4, 8, 12 и 15 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>.

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, %				
	$\Delta$	$d_w$	$d_1$	$d_2$	$\delta$
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)