

## СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

## Методы определения меди

Alloyed and high-alloyed steels.  
Methods of copper determination

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 ноября 1978 г. № 3081 срок введения установлен

с 01.01.80

Прореконструирован в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 15.08.84 № 2877 срок действия продлен

до 01.01.95

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения меди (при массовых долях от 0,01 до 0,10 %), фотометрический метод (при массовых долях от 0,10 до 1,00 %), полярографический метод (при массовых долях от 0,01 до 2,00 %), титриметрический метод (от 1,00 до 4,00 %), гравиметрический метод (при массовых долях от 0,30 до 4,00 %) и атомно-абсорбционный метод (при массовых долях от 0,10 до 4,00 %).

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа—по ГОСТ 20560—81.

### 2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ [0,01—0,10 %]

#### 2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании в аммиачном растворе (рН 8,5—9,0) окрашенного в желтый цвет и экстрагируемого хлороформом

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



\* Переиздание марта 1986 г. с Изменением № 1,  
утвержденным в августе 1984 г. (ИУС 11—84).

комплексного соединения меди (II) с диэтилдитиокарбаматом натрия.

Кремний, вольфрам, ниобий, титан отделяют кислотным гидролизом. Влияние алюминия, молибдена, никеля, хрома, железа и марганца, мешающих определению, устраниют добавлением лимоннокислого аммония и трилona Б.

## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр, спектрофотоколориметр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78 и разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Соль динатриевая этилендиамин—N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73. Раствор 10 г трилона Б растворяют при слабом нагревании в 100 мл воды и фильтруют.

Хлороформ.

Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864—71, 0,1 и 0,5%-ный растворы, свежеприготовленные.

Аммоний лимоннокислый, двузамещенный по ГОСТ 3653—78, 25%-ный раствор. Раствор очищают от примесей тяжелых металлов в виде их диэтилдитиокарбаматов экстракцией хлороформом в делительной воронке вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Для этого к 250 см<sup>3</sup> раствора добавляют раствор аммиака до pH 9,0 по универсальному индикатору, 25 см<sup>3</sup> 0,5%-ного раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 50 см<sup>3</sup> хлороформа и энергично встряхивают в течение 2 мин. Водному и хлороформному слоям дают отстояться. Хлороформный слой отбрасывают.

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610—79 ос. ч.

Медь металлическая по ГОСТ 546—79.

Медь сернокислая, стандартные растворы А и Б.

Раствор А. 1 г металлической меди растворяют при нагревании в 20—25 см<sup>3</sup> азотной кислоты 1:1, добавляют 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. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг меди.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Масса навески, г	Разбавление, см <sup>3</sup> (аликвотная часть раствора равна 5 см <sup>3</sup> )
От 0,01 до 0,03	0,5	50
Св. 0,03 » 0,05	0,5	100
» 0,05 » 0,10	0,25	100

Раствор Б, 10 см<sup>3</sup> стандартного 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 0,1 мг меди.

Индикатор универсальный, бумага.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

**2.3. Проведение анализа**

Навеску стали в зависимости от массовой доли меди (табл. 1) помещают в стакан или колбу вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают до растворения навески. Затем, слегка сдвинув часовое стекло, осторожно приливают азотную кислоту до прекращения всепенивания раствора и избыток 2—3 см<sup>3</sup>. Растворы охлаждают, добавляют 15 см<sup>3</sup> серной кислоты, 10 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты (при массовой доле вольфрама в стали более 3%) и выпаривают раствор до начала выделения паров серной кислоты. Раствор охлаждают, осторожно добавляют 25—30 см<sup>3</sup> воды при перемешивании и нагревают до растворения солей. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 или 100 см<sup>3</sup>, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор фильтруют через два сухих фильтра «белая лента» в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, сполоснув колбу первыми порциями фильтрата.

Аликвотную часть раствора 5 см<sup>3</sup> помещают в стакан вместимостью 50—100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора 25%-ного лимоннокислого аммония; 10 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, перемешивают и добавляют раствор аммиака до pH 9 по универсальному индикатору.

Раствор переносят в делительную воронку, доливают воды до объема 60—70 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 см<sup>3</sup> 0,1%-ного раствора диэтилдитиокарбамата натрия и экстрагируют 10 см<sup>3</sup> хлороформа, энергично встряхивая раствор в течение 2 мин. Водному и хлороформному слоям дают отстояться и сливают хлороформный слой в сухую мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. К оставшемуся в делительной воронке водному раствору добавляют 5 см<sup>3</sup> хлороформа и снова встряхивают его в течение 2 мин. После отстаивания раствора хлороформный слой сливают в ту же колбу, что и после пер-

вой экстракции, доливают объем объединенных экстрактов хлороформом до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют сразу после экстракции на спектрофотометре или спектрофотоколориметре при  $\lambda=436$  нм или фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 380 до 430 нм, в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм, применяя в качестве раствора сравнения хлороформ. Содержание меди находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

### 2.2; 2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 2.3.1. Построение градуировочного графика

В семь стаканов или колб вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> помещают по 0,5 г карбонильного железа. В шесть стаканов или колб приливают последовательно 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 и 3 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б сернокислой меди, что соответствует 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 и 0,30 мг меди. Седьмой стакан или колба служит для проведения контрольного анализа. Во все стаканы или колбы приливают по 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, стаканы накрывают часовыми стеклами и растворяют навески при нагревании. Затем, слегка сдвинув часовые стекла, осторожно приливают азотную кислоту до прекращения всепенивания растворов и избыток 2—3 см<sup>3</sup>.

Растворы охлаждают, добавляют по 15 см<sup>3</sup> серной кислоты, по 5 см<sup>3</sup> ортоfosфорной кислоты (при массовой доле вольфрама в стали более 3%) и выпаривают до начала выделения паров серной кислоты. Растворы охлаждают, осторожно добавляют по 25—30 см<sup>3</sup> воды при перемешивании и нагревают до растворения солей. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup>, охлаждают, доливают до меток водой и перемешивают. Далее анализ продолжают, как указано в п. 2.3, начиная со слов: «Раствор фильтруют через два сухих фильтра «белая лента»

Из значения оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта.

По найденным величинам оптической плотности и соответствующим им значениям концентраций меди строят градуировочный график.

### 2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m} ,$$

где  $m$ —масса навески стали, соответствующая фотометрируемой аликвотной части раствора, мг;

$m_1$ —масса меди, найденная по градуировочному графику, мг.

(Измененная редакция, Изм. № 1).