

НИФТР и СТ ЦСМ при МЭИФ КР

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР****СИЛУМИН В ЧУШКАХ****Методы определения меди**Aluminium-silicon alloy ingots.
Methods for determination of copper**ГОСТ****1762.6-71**

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.73
до 01.07.95**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод (при массовой доле меди от 0,001 до 0,04%), полярографический и атомно-абсорбционный методы определения меди (при массовой доле меди от 0,005 до 0,1%).

(Измененная редакция, Изм. № 2).**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 1762.0—71.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода состоит в измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения меди с диэтилдитиофосфатом никеля, экстрагируемого четыреххлористым углеродом.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы
Фотоэлектроколориметр ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК, спектрофотометр СФ-16, СФ-26 или аналогичные.

Вода дистиллированная, не содержащая тяжелых металлов.

Дистиллированную воду очищают от следов тяжелых металлов пропусканием через слой сильно кислотного катионита (КУ-1, КУ-2).

Катионит КУ-1, КУ-2 по ГОСТ 20298—74.

Все реактивы готовят на очищенной таким способом воде.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★



Катионит; готовят следующим образом: 40—50 г катионита, отсеянного от пыли, помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 80—100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают в течение 30—45 мин. Кислоту сливают и многократно промывают катионит водой при перемешивании декантацией до нейтральной реакции по метиловому оранжевому. Катионит переносят в колонку с притертым краном, на дно которой уложен пух из стеклянной ваты. Колонку с катионитом заполняют дистиллированной водой, слой катионита должен быть всегда покрыт водой. Поглощительные свойства катионита после его насыщения могут быть восстановлены обработкой соляной кислотой и водой.

Диэтилдитиофосфат никеля, 0,04%-ный водный раствор.

Натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 30%. Навеску гидроокиси натрия растворяют в воде в никелевой или платиновой чашке и, если нужно, фильтруют через гигроскопическую вату, собирая раствор в сосуд из полиэтилена.

Натрий серноокислый по ГОСТ 4166—76.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и раствор с молярной концентрацией 0,2 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 3%.

Медь по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди

Раствор А, готовят следующим образом: 0,2000 г меди растворяют в 5 см³ азотной кислоты. После растворения добавляют 10 см³ соляной кислоты и выпаривают до небольшого объема. Выпаривание с соляной кислотой повторяют еще два раза. К остатку добавляют 15 см³ соляной кислоты, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и разбавляют до метки водой.

1 см³ раствора А содержит 0,2 мг меди.

Раствор Б, готовят перед применением путем разбавления раствора А в 100 раз водой.

1 см³ раствора Б содержит 0,002 мг меди.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску селумина массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и приливают 20 см³ раствора гидроокиси натрия. После окончания бурной реакции раствор нагревают до полного растворения сплава, разбавляют водой и осторожно приливают 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор нагревают до простветления, прибавляют 20—25 капель перекиси водорода и кипятят для разрушения ее избытка. Охлажденный раствор пере-

водят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки очищенной водой и перемешивают.

В зависимости от содержания меди отбирают аликвотную часть раствора 20—100 см³ в делительную воронку вместимостью 250 см³ (носик воронки должен быть сухим), разбавляют раствор, если это необходимо, до 100 см³ раствором молярной концентрации 0,2 моль/дм³ соляной кислоты, прибавляют 3 см³ раствора диэтилдитиофосфата никеля и приливают из бюретки (кран бюретки не смазывать) 5 см³ четыреххлористого углерода.

Содержимое воронки энергично встряхивают в течение 1 мин, затем оставляют для расслаивания и после разделения фаз сливают окрашенный слой четыреххлористого углерода в сухой цилиндр с притертой пробкой. В делительную воронку приливают еще 5 см³ четыреххлористого углерода и повторяют экстрагирование. Экстракт сливают в тот же цилиндр и перемешивают.

Органическую фазу отделяют от водной возможно тщательно, не допуская попадания водной фазы в цилиндр.

Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 420 нм.

Раствором сравнения служит четыреххлористый углерод.

Для удаления остатков влаги при наполнении кювет растворы пропускают через сухой беззольный фильтр или к экстрактам в цилиндрах прибавляют 1 г безводного сульфата натрия.

Содержание меди находят по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки приливают из бюретки 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 7,0; 8,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010; 0,014; 0,016 мг меди, разбавляют раствором молярной концентрации 0,2 моль/дм³ соляной кислоты до 100 см³, приливают 3 см³ раствора диэтилдитиофосфата никеля и экстрагируют диэтилдитиофосфат меди двумя порциями по 5 см³ четыреххлористого углерода.

Далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.

Раствором сравнения служит четыреххлористый углерод.

По полученным значениям оптической плотности и известным массам меди в растворах строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{v_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса меди, найденная по градуировочному графику, мг;

V — общий объем раствора, см³;

v_t — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески селенима, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,001 до 0,005 включ.	0,0005	0,001
Св. 0,005 » 0,010 »	0,001	0,002
» 0,010 » 0,040 »	0,002	0,003

2.3.1—2.4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении сплава в растворе едкого натра, подкислении щелочного раствора бромистоводородной кислотой до рН 1 и полярографировании меди в интервале потенциалов от минус 0,05 до минус 0,4 В.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного тока типа ПУ-1 или аналогичный.

Азот газообразный и жидкий технический по ГОСТ 9293—74 или аргон газообразный и жидкий по ГОСТ 10157—79.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 20%.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77, разбавленная 2:1.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Аскорбиновая кислота, свежеприготовленный раствор с массовой долей 25%.

Медь по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди: 1 г меди помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, обмывают стенки стакана водой. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг меди.

Путем соответствующего разбавления (перед применением) готовят раствор А с концентрацией меди 0,1 мг в 1 см³ раствора и