

# БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

## Методы анализа

Издание официальное

М о с к в а  
ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
2 0 0 2

#### ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Бронзы безоловянные. Методы анализа» содержит стандарты, утвержденные до 1 февраля 2002 г.

В стандарты внесены изменения, принятые до указанного срока.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в ежемесячном информационном указателе «Государственные стандарты».

## БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

## Метод определения меди

ГОСТ  
15027.1—77Non-tin bronze.  
Method for the determination of copper.

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический электролитический метод определения меди в безоловянных бронзах по ГОСТ 18175, ГОСТ 614 и ГОСТ 493.

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 купризонам.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Электролизная установка с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТ 6563.

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для меди.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

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

Гидразин серноокислый по ГОСТ 5841, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Аммоний серноокислый по ГОСТ 3769.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Кислота борная по ГОСТ 18704.

Смесь для растворения I; готовят следующим образом: к 600 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют 40 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, 15 г борной кислоты, перемешивают и доливают водой до 1000 см<sup>3</sup>. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

Кислота лимонная по ГОСТ 10484.

Кислота сульфаминовая по ГОСТ 4478, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Бром по ГОСТ 4109.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:4.

Мочевина по ГОСТ 6691, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Лимоннокислый аммоний, раствор; готовят следующим образом: 150 г лимонной кислоты растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды, добавляют при перемешивании 100 см<sup>3</sup> концентрированного раствора аммиака, охлаждают, добавляют еще 100 см<sup>3</sup> аммиака, охлаждают и доливают водой до объема 1000 см<sup>3</sup>.

Бис—циклогексанон—оксалил—дигидразон (купризон), раствор; готовят следующим образом: 2,5 купризона растворяют при перемешивании в 900 см<sup>3</sup> воды при температуре 60—70 °С.

После охлаждения раствор фильтруют в темный стеклянный сосуд, доливают водой до объема 1000 см<sup>3</sup>. Раствор годен 10 дней.

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

Стандартные растворы меди.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г меди растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, удаляют окислы азота кипячением, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г меди.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см<sup>3</sup> 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 0,0001 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 см<sup>3</sup>, добавляют 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 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 см<sup>3</sup>, приливают 7 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора сернокислого гидразина.

После обесцвечивания раствора стенки стакана и выступающие части электродов обмывают водой, добавляют около 20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, 2—3 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и накрывают крышкой из фторопласта или платины. После растворения выпаривают до небольшого объема (до получения влажных солей).

Затем приливают 5 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают раствор до выделения белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, растворяют соли в 30—40 см<sup>3</sup> холодной воды, раствор нагревают, переносят в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, доливают водой до 100—150 см<sup>3</sup>, приливают 8 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, добавляют 6—8 капель (0,4—0,5 см<sup>3</sup>) фтористоводородной кислоты, 15 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, в стакане вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> и проводят электролиз, применяя сетчатые цилиндрические электроды, через 15—20 мин прибавляют 7 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:2, в стакане вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, накрытом часовым стеклом, при нагревании. После растворения навески обмывают стекло и стенки стакана 50 см<sup>3</sup> воды, приливают тонкой струей 5—6 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> смеси для растворения I и растворяют при осторожном нагревании. Выдерживают раствор 1 ч при 90 °С, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 50 см<sup>3</sup> воды, аммиак до появления осадка, азотную кислоту, разбавленную 1:1, до растворения осадка и сверх того 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора сульфаминовой кислоты, разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> и растворяют в 15 см<sup>3</sup> смеси для растворения II при осторожном нагревании. После растворения раствор выпаривают досуха. Затем еще два раза добавляют 15 см<sup>3</sup> смеси для растворения II и раствор каждый раз выпаривают досуха. К сухому остатку добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и раствор выпаривают до сиропообразного состояния. Затем добавляют 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> прокипяченной азотной кислоты, разбавленной 1:1, 10 см<sup>3</sup> раствора сульфаминовой кислоты, воды до объема 100—150 см<sup>3</sup> и проводят электролиз, как указано в п. 3.1.

**3.8. Определение остаточной меди в электролите**

Электролит, после отделения меди, выпаривают до объема 40 см<sup>3</sup>, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б меди. Во все колбы добавляют по 5 см<sup>3</sup> 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 купризоном**

3.8.3.1. Аликвотную часть электролита — 50 см<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают 10 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого аммония и раствор аммиака, разбавленный 1:4, до слабощелочной реакции, затем добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора аммиака, разбавленного 1 : 4, 10 см<sup>3</sup> раствора купризона, 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 см<sup>3</sup> помещают 0,5; 0,75; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б меди.

Во все колбы добавляют по 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 10 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса катода, г;

$m_2$  — масса катода с выделившейся медью, г;

$C$  — концентрация меди, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г.

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

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m} + \frac{m_3 V}{m V_1},$$

где  $V$  — объем раствора электролита, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — 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.

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

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР
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 раздела, пункта
ГОСТ 493—79	Вводная часть
ГОСТ 614—97	Вводная часть
ГОСТ 859—2001	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 6563—75	Разд. 2
ГОСТ 6691—77	Разд. 2
ГОСТ 10484—78	Разд. 2
ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 18704—78	Разд. 2
ГОСТ 25086—87	1.1, 4.5

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)
7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)