

**СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ****Методы определения меди**Titanium alloys.  
Methods for the determination of copper**ГОСТ****19863.14—91**

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле от 0,01 до 0,4%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,01 до 5,0%) методы определения меди.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ****2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и бромфтористоводородной кислот, образовании при pH 9 синего комплексного соединения меди с купризоном и измерении оптической плотности раствора при длине волны 595 нм.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и раствор 2 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup> и раствор 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота бромфтористоводородная: к 280 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г

**Издание официальное**

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

С. 2 ГОСТ 19863.14—91

борной кислоты и перемешивают. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 100 г/дм<sup>3</sup> и 0,5 моль/дм<sup>3</sup>.

Аммоний лимоннокислый по ТУ 6-09-01-768, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Индикатор нейтральный красный, раствор 0,5 г/дм<sup>3</sup>.

Буферный раствор борнокислого натрия, рН 9; 13,45 г борной кислоты помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 350 см<sup>3</sup> воды и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 65 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия 0,5 моль/дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300, раствор 1 : 1.

Бис-(циклогексанон)-оксалилдигидразон (купризон) по ТУ 6-09-14-1380, раствор 5 г/дм: 0,25 г купризона помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, растворяют в 40 см<sup>3</sup> раствора этилового спирта, доливают раствором спирта до метки и перемешивают.

Медь по ГОСТ 859 марки М00.

Стандартные растворы меди

Раствор А: 0,5 г меди помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 25 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, растворяют сначала при комнатной температуре, затем нагревают до полного растворения навески и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0005 г меди.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г меди.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы согласно табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 1,5 см<sup>3</sup> бромфтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Масса навески пробы, г
От 0,01 до 0,10 включ.	1
Св. 0,10 > 0,25 >	0,5
> 0,25 > 0,40 >	0,25

В раствор добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски, затем в избыток 2—3 капли, кипятят 2—3 мин, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.2. Аликвотную часть раствора 5 см<sup>3</sup> переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, приливают 8 см<sup>3</sup> раствора лимонно-кислого аммония, добавляют одну каплю раствора нейтрального красного и из бюретки медленно, при перемешивании приливают раствор гидроксида натрия 100 г/дм<sup>3</sup> до изменения окраски индикатора из красной в бледно-желтую и 1 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия в избыток. Приливают 5 см<sup>3</sup> буферного раствора с рН 9, 1 см<sup>3</sup> раствора куприона, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.3. Оптическую плотность раствора измеряют через 5 мин при длине волны 595 нм в кювете с толщиной фотометрируемого слоя 50 мм. Раствором сравнения служит вода.

Из оптической плотности раствора пробы вычитают оптическую плотность раствора контрольного опыта, который готовят по пп. 2.3.1 и 2.3.2 со всеми реактивами, используемыми в анализе.

Массовую долю меди рассчитывают по градуировочному графику.

#### 2.3.4. Построение градуировочного графика

В семь из восьми мерных колб вместимостью по 50 см<sup>3</sup> отмеряют 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,000002; 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025; 0,00003 г меди, приливают по 8—10 см<sup>3</sup> воды и продолжают по пп. 2.3.2 и 2.3.3. Раствором сравнения служит раствор, в который не введена медь.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам меди строят градуировочный график.

### 2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где  $m$  — масса меди в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$  — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,030 включ.	0,005	0,007
Св. 0,030 > 0,100 >	0,007	0,012
> 0,100 > 0,250 >	0,015	0,025
> 0,250 > 0,400 >	0,025	0,035

### 3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и борофтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции меди при длине волны 324,8 нм в пламени ацетилен — воздух.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для меди.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, растворы 2 : 1 и 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup> и раствор 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота борофтористоводородная: к 280 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Растворы титана

Раствор А, 20 г/дм<sup>3</sup>: 4 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 160 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, 8 см<sup>3</sup> борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Б, 10 г/дм<sup>3</sup>: 1 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 80 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, 4 см<sup>3</sup> борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют двадцать капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят

в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Медь по ГОСТ 859 марки М0.

Стандартные растворы меди

Раствор А: 1 г меди растворяют в 20 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты при умеренном нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0001 г меди.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой согласно табл. 3 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, 1 см<sup>3</sup> бромфтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения пробы добавляют 5—10 капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью согласно табл. 3, добавляют раствор соляной кислоты 1 : 1 согласно табл. 3, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Массовая доля меди, %	Масса навески пробы, г	Вместимость мерной колбы, см <sup>3</sup>	Объем добавляемого раствора соляной кислоты 1 : 1, см <sup>3</sup>
От 0,01 до 0,1 включ.	0,5	100	2
Св. 0,1 > 5,0 >	0,25	250	5

3.3.2. При массовой доле меди свыше 1,0 до 5,0% аликвотную часть раствора, равную 20 см<sup>3</sup>, отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 : 1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.3. Раствор контрольного опыта готовят по пп. 3.3.1, 3.3.2.

3.3.4. Построение градуировочного графика

3.3.4.1. При массовой доле меди от 0,01 до 0,1%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> приливают по 25 см<sup>3</sup> раствора титана А, в пять из них отмеряют 0,5; 1,5; 3,0; 4,5; 6,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,00015; 0,0003; 0,00045; 0,0006 г меди.

3.3.4.2. При массовой доле меди свыше 0,1 до 1,0%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> приливают по 10 см<sup>3</sup> раствора титана Б, в пять из них отмеряют 1,0; 2,5; 5,0; 7,5;

10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,00025; 0,0005; 0,00075; 0,001 г меди.

3.3.4.3. При массовой доле меди свыше 1,0 до 5,0%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> приливают по 2 см<sup>3</sup> раствора титана Б, в пять из них отмеряют 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,001 г меди.

3.3.4.4. К растворам в колбах, приготовленным по пп. 3.3.4.1, 3.3.4.2, 3.3.4.3, добавляют по 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.5. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен — воздух (окислительное) и измеряют атомную абсорбцию меди при длине волны 324,8 нм.

По полученным значениям атомных абсорбций и соответствующим им массовым концентрациям меди строят градуировочный график в координатах «Значение атомного поглощения — Массовая концентрация меди, г/см<sup>3</sup>».

Массовую концентрацию меди в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

#### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю меди ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $C_1$  — массовая концентрация меди в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$C_2$  — массовая концентрация меди в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

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

$m$  — масса навески в растворе пробы или в соответствующей аликвотной части раствора пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля меди, %	Абсолютное допустимое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,025 включ.	0,003	0,005
Св. 0,025 > 0,050 >	0,005	0,007
> 0,050 > 0,100 >	0,010	0,015

Продолжение табл. 4

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
Св. 0,100 до 0,250 включ.	0,015	0,020
» 0,250 » 0,500 »	0,025	0,030
» 0,50 » 1,00 »	0,05	0,07
» 1,00 » 2,50 »	0,10	0,15
» 2,50 » 5,00 »	0,15	0,20

### ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР**

**РАЗРАБОТЧИКИ**

**В. Г. Давыдов**, д-р техн. наук; **В. А. Мошкин**, канд. техн. наук;  
**Г. И. Фридман**, канд. техн. наук; **Л. А. Тенякова**; **М. Н. Горлова**, канд. хим. наук; **Л. В. Антоненко**; **О. Л. Скорская**, канд. хим. наук

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 5.05.91 № 626

**3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

**4. Периодичность проверки — 5 лет**

**5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 859—78	2.2; 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4328—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 9656—75	2.2; 3.2
ГОСТ 10484—78	2.2; 3.2
ГОСТ 17746—79	3.2
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 25086—87	1.1
ТУ 6-09-14-1380—77	2.2
ТУ 6-09-01-768—89	2.2