НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СТАЛЬ ВУГЛЕЦЕВА І ЧАВУН НЕЛЕГОВАНИЙ

Методи визначення міді

ДСТУ 7757:2015

Видання офіційне

Київ
ДП «УкрНДНЦ»
2016

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет стандартизації «Стандартизація методів визначення хімічного складу матеріалів металургійного виробництва» (ТК 3), Державне підприємство «Український науково-технічний центр металургійної промисловості «Енергосталь»

РОЗРОБНИКИ: **Н. Гриценко**, канд. хім. наук; **Г. Душенко; В. Мантула; О. Сніжко; С. Спіріна**, канд. хім. наук (науковий керівник); **Д. Сталінський**, д-р техн. наук

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ ДП «УкрНДНЦ» від 22 червня 2015 р. № 61 з 2016–01–01

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 22536.8–87)

Право власності на цей національний стандарт належить державі.
Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати
задля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання
цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації
без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи

ДП «УкрНДНЦ», 2016

ЗМІСТ

С.

1 Сфера застосування 1

2 Нормативні посилання 1

3 Загальні вимоги 2

4 Екстракційно-фотометричний метод визначення масової частки міді від 0,01 % до 0,10 % 2

5 Фотометричний метод визначення масової частки міді від 0,1 % до 0,5 % 4

6 Атомно-абсорбційний метод визначення масової частки міді від 0,01 % до 0,50 % 5

7 Норми точності 6

8 Вимоги до кваліфікації оператора 6

9 Вимоги щодо безпеки 6

Додаток А Фотометричний метод визначення масової частки міді від 0,1 % до 0,5 % у вигляді аміачного комплексу 7

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СТАЛЬ ВУГЛЕЦЕВА І ЧАВУН НЕЛЕГОВАНИЙ

Методи визначення міді

СТАЛЬ УГЛЕРОДИСТАЯ И ЧУГУН НЕЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения меди

CARBON STEEL AND UNALLOYED CAST IRON

Methods for determination of cupper

Чинний від 2016–01–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює методи визначення масової частки міді: екстракційно-фотометричний (від 0,01 % до 0,10 %), фотометричний (від 0,1 % до 0,5 %) і атомно-абсорбційний (від 0,01 % до 0,50 %) у сталі вуглецевій і чавуні нелегованому.

Фотометричний метод визначення масової частки міді від 0,1 % до 0,5 % у вигляді аміачного комплексу наведено в додатку А.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 7237:2011 Система стандартів безпеки праці. Електробезпека. Загальні вимоги та номенклатура видів захисту

ДСТУ 7749:2015 Сталь вуглецева і чавун нелегований. Загальні вимоги до методів аналізу

ДСТУ ГОСТ 546:2004 Катоди мідні. Технічні умови (ГОСТ 546–2001, IDT)

ГОСТ 12.1.004–91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования (ССБП. Пожежна безпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.1.007–76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (ССБП. Шкідливі речовини. Класифікація і загальні вимоги щодо безпеки)

ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ. Взрывоопасность. Общие требования (ССБП. Вибухонебезпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 342–77 Реактивы. Натрий дифосфат 10-водный. Технические условия (Реактиви. Натрію дифосфат 10-водний. Технічні умови)

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия (Реактиви. Кислота соляна. Технічні умови)

ГОСТ 3760–79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия (Реактиви. Аміак водний. Технічні умови)

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия (Реактиви. Кислота сірчана. Технічні умови)

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия (Реактиви. Кислота азотна. Технічні умови)

ГОСТ 5457–75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия (Ацетилен розчинений і газоподібний технічний. Технічні умови)

Видання офіційне

ГОСТ 8864–71 Реактивы. Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия (Реактиви. Натрію N, N-діетилдитіокарбамат 3-водний. Технічні умови)

ГОСТ 10652–73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия (Реактиви. Сіль динатрієва етилендіамін-N, N, N′, N′-тетраоцтової кислоти 2-водна (трилон Б). Технічні умови)

ГОСТ 11125–84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия (Кислота азотна особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 11293–89 Желатин. Технические условия (Желатин. Технічні умови)

ГОСТ 13610–79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия (Залізо карбонільне радіотехнічне. Технічні умови)

ГОСТ 14261–77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия (Кислота соляна особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 14262–78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия (Кислота сірчана особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 20015–88 Хлороформ. Технические условия (Хлороформ. Технічні умови)

ГОСТ 20288–74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия (Реактиви. Вуглець чотирихлористий. Технічні умови)

ГОСТ 20478–75 Реактивы. Аммоний надсернокислый. Технические условия (Реактиви. Амоній надсірчанокислий. Технічні умови).

3 ЗАГАЛЬНІ ВИМОГИ

3.1 Загальні вимоги до методів аналізу наведено в ДСТУ 7749.

3.2 Норми точності та нормативи контролю точності визначення масової частки міді наведено в розділі 7.

4 ЕКСТРАКЦІЙНО-ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ МІДІ ВІД 0,01 % ДО 0,10 %

4.1 Суть методу

Метод ґрунтується на утворенні в аміачному розчині забарвленої в жовтий колір комплексної сполуки міді (II) з діетилдитіокарбаматом натрію, екстрагуванні її хлороформом або чотирихлористим вуглецем і вимірюванні світлопоглинання отриманого екстракту за довжини хвилі 436 нм.

4.2 Апаратура, реактиви та розчини

Спектрофотометр або **фотоелектроколориметр** — згідно з чинним нормативним документом.

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118 або ГОСТ 14261.

Кислота азотна — згідно з ГОСТ 4461 або ГОСТ 11125, розведена 1:1.

Кислота сірчана — згідно з ГОСТ 4204 або ГОСТ 14262, розведена 1:1 та 1:4.

Аміак водний — згідно з ГОСТ 3760.

Сіль динатрієва етилендіамін-N, N, N′, N′-тетраоцтової кислоти 2-водна (трилон Б) — згідно з ГОСТ 10652, розчин масовою концентрацією 100 г/дм^3.

Хлороформ — згідно з ГОСТ 20015 або **чотирихлористий вуглець** — згідно з ГОСТ 20288.

Натрію N′, N′-діетилдитіокарбамат 3-водний — згідно з ГОСТ 8864, свіжоприготовлені розчини масовою концентрацією 1 г/дм^3 і 5 г/дм^3.

Залізо карбонільне — згідно з ГОСТ 13610.

Амоній лимоннокислий двозаміщений — згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 250 г/дм^3. Розчин очищують від домішок важких металів у вигляді їх діетилдитіокарбаматів так: 250 см^3 розчину вміщують у ділильну лійку місткістю 500 см^3, доливають аміак до рівня pH 9 за універсальним індикатором, 25 см^3 розчину діетилдитіокарбамату натрію масовою концентрацією 5 г/дм^3, 50 см^3 хлороформу й енергійно струшують протягом 2 хв. Водному і хлороформному шарам дають відстоятися, хлороформний шар відкидають.

Індикатор універсальний папіровий.

Мідь металева, ос. ч. — згідно з ДСТУ ГОСТ 546.

Стандартні розчини міді

Розчин А: 1 г металевої міді розчиняють нагріваючи у 20 $см^3$ азотної кислоти, розведеної 1:1. Після розчинення наважки додають 30 $см^3$ сірчаної кислоти, розведеної 1:1, і випарюють розчин до виділення парів сірчаної кислоти. Розчин охолоджують, стінки стакана обмивають водою, доливають від 70 $см^3$ до 80 $см^3$ води і нагрівають до розчинення солей. Охолоджений розчин переносять у мірну колбу місткістю 1 $дм^3$, доливають водою до позначки та перемішують.

1 $см^3$ розчину містить 0,001 г міді.

Розчин Б: 10 $см^3$ стандартного розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 100 $см^3$, доливають водою до позначки та перемішують.

1 $см^3$ розчину містить 0,0001 г міді.

4.3 Аналізування

Наважку сталі або чавуну масою 0,5 г (за масової частки міді від 0,01 % до 0,05 %) і 0,25 г (за масової частки міді від 0,05 % до 0,10 %) вносять у стакан місткістю 250 $см^3$, додають 30 $см^3$ сірчаної кислоти, розведеної 1:4, і розчиняють, повільно нагріваючи, накривши стакан годинниковим склом. Після розчинення наважки додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання розчину, кип'ятять до повного його прояснення, потім випарюють до появи парів сірчаної кислоти й охолоджують. Обмивають годинникове скло і стінки стакана та розчиняють солі у 50—60 $см^3$ води нагріваючи. Переносять охолоджений розчин у мірну колбу місткістю 100 $см^3$, доливають до позначки водою і перемішують. Частину розчину фільтрують через сухий фільтр у суху колбу, відкидаючи перші порції фільтрату.

Аліквотну частину отриманого розчину 10 $см^3$ вносять у стакан місткістю 100 $см^3$, додають 10 $см^3$ розчину лимоннокислого амонію, 10 $см^3$ розчину трилону Б, перемішують і додають аміак до рівня pH 9 за індикатором універсальним паперовим.

Розчин переносять у ділильну лійку місткістю 100 $см^3$, обмиваючи стінки стакана водою, доливають 5 $см^3$ розчину діетилдитіокарбамату натрію масовою концентрацією 1 $г/дм^3$, перемішують і доливають 10 $см^3$ хлороформу (або чотирихлористого вуглецю). Розчин у ділильній лійці енергійно струшують протягом 2 хв. Водному та хлороформовому шарам дають відстоятися і після розділення зливають нижній хлороформовий шар у суху мірну колбу місткістю 25 $см^3$, фільтруючи через вату. До водного розчину, що залишився в ділильній лійці, доливають 5 $см^3$ хлороформу і повторюють екстрагування, зливаючи хлороформовий шар у ту саму колбу. Об'єм розчину в колбі доливають хлороформом (або чотирихлористим вуглецем) до позначки і перемішують.

Оптичну густину розчину вимірюють одразу після екстрагування на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 400 нм до 450 нм або на спектрофотометрі за довжини хвилі 436 нм. Як розчин порівняння використовують хлороформ.

Одночасно з аналізуванням проводять контрольний дослід на забруднення реактивів. Від значення оптичної густини кожного аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини розчину контрольного досліду.

Масу міді визначають за градуювальним графіком або методом порівняння зі стандартним зразком, близьким за складом до аналізованої проби, який пройшов усі стадії аналізування.

4.4 Побудова градуювального графіка

У сім стаканів місткістю 250 $см^3$ вносять наважки карбонільного заліза, що відповідають наважкам проби. У шість із них послідовно додають 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 $см^3$ стандартного розчину Б, що відповідає 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030 г міді. У сьомому стакані проводять контрольний дослід. У кожний стакан додають 30 $см^3$ сірчаної кислоти, розведеної 1:4, і далі аналізують, як зазначено в 4.3.

За отриманими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси міді будують градуювальний графік. Допустимо будувати градуювальний графік у координатах оптична густина — масова частка міді.

4.5 Опрацювання результатів

Масову частку міді X_1 у відсотках обчислюють за формулою:

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \qquad (1)$$

де m_1 — маса міді в аналізованій пробі, визначена за градуювальним графіком, г;

m — маса наважки проби, г.

5 ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ МІДІ ВІД 0,1 % ДО 0,5 %

5.1 Суть методу

Метод ґрунтується на утворенні забарвленої в жовтий колір комплексної сполуки міді з діетилдитіокарбаматом натрію в аміачному середовищі (pH 8,5—9,0) і вимірюванні світопоглинання отриманого комплексу за довжини хвилі 453 нм.

5.2 Апаратура, реактиви та розчини

Застосовують апаратуру, реактиви та розчини згідно з 4.2, а також наведені нижче.

Кислота азотна — згідно з ГОСТ 4461 або ГОСТ 11125, розведена 1:3.

Натрію дифосфат 10-водний (пірофосфорнокислий) — згідно з ГОСТ 342, розчин масовою концентрацією 50 г/дм^3.

Желатин харчовий — згідно з ГОСТ 11293, свіжоприготовлений розчин масовою концентрацією 5 г/дм^3: 0,5 г желатину заливають 100 см^3 води і залишають на 2 год. Потім розчин нагрівають, помішуючи до повного розчинення наважки.

Спирт полівініловий — згідно з чинним нормативним документом, водний розчин масовою концентрацією 2 г/дм^3.

5.3 Аналізування

Наважку сталі або чавуну масою 0,25 г вносять у стакан місткістю 100 см^3, додають 20 см^3 азотної кислоти, розведеної 1:3, і розчиняють нагріваючи. Після розчинення додають 5 см^3 соляної кислоти і розчин випарюють досуха. Сухий залишок змочують 15 см^3 соляної кислоти, додають 10 см^3 води та нагрівають до повного розчинення солей. Охолоджений розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см^3, доливають водою до позначки і перемішують.

Під час аналізування чавунів або у разі випадання в осад кремнієвої кислоти розчин фільтрують на сухий фільтр «біла стрічка» і відкидають перші порції фільтрату.

У дві мірні колби місткістю 100 см^3 вносять по 10 см^3 аналізованого розчину. У кожну колбу додають 20 см^3 води, 20 см^3 розчину пірофосфорнокислого натрію, 10 см^3 аміаку, перемішуючи вміст колби після кожного додавання реактиву. Розчини охолоджують, додають 10 см^3 желатину або полівінілового спирту і в одну з колб 10 см^3 розчину діетилдитіокарбамату натрію масовою концентрацією 5 г/дм^3, доливають водою до позначки і перемішують. Якщо сталь або чавун містять нікель кількістю від 0,3 % до 0,5 %, перед додаванням розчину діетилдитіокарбамату натрію в кожну мірну колбу додають 5 см^3 розчину трилону Б.

Оптичну густину розчину вимірюють через 5 хв на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 400 нм до 480 нм або на спектрофотометрі за довжини хвилі 453 нм. Як розчин порівняння використовують другу аліквотну частину аналізованого розчину, що містить усі реактиви, крім діетилдитіокарбамату натрію.

Одночасно з аналізуванням проводять контрольний дослід на забруднення реактивів. Від значення оптичної густини кожного аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини розчину контрольного досліду.

Масу міді отримують за градуювальним графіком або методом порівняння зі стандартним зразком, близьким за складом до аналізованої проби, який пройшов усі стадії аналізування.

5.4 Побудова градуювального графіка

У шість стаканів місткістю 100 см^3 вносять по 0,25 г карбонільного заліза, у п'ять із них послідовно додають стандартний розчин Б кількістю 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 см^3, що відповідає 0,00025; 0,00050; 0,00075; 0,00100; 0,00125 г міді. У шостому стакані проводять контрольний дослід на вміст міді в реактивах. У кожний стакан додають 30 см^3 азотної кислоти, розведеної 1:3, і далі аналізують, як зазначено в 5.3.

За отриманими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси міді будують градуювальний графік. Допустимо будувати градуювальний графік у координатах оптична густина — масова частка міді.

5.5 Опрацювання результатів

Масову частку міді X_2 у відсотках обчислюють за формулою:

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

де m_1 — маса міді в аналізованій пробі, визначена за градуювальним графіком, г;

m — маса наважки проби, г.

6 АТОМНО-АБСОРБЦІЙНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ МІДІ ВІД 0,01 % ДО 0,50 %

6.1 Суть методу

Метод ґрунтується на вимірюванні ступеня поглинання резонансного випромінення вільними атомами міді, що утворюються внаслідок розпилення аналізованого розчину в полум'я повітря—ацетилен за довжини хвилі 324,7 нм.

6.2 Апаратура, реактиви та розчини

Атомно-абсорбційний полуменевий спектрофотометр — згідно з чинним нормативним документом.

Лампа з порожнистим катодом для визначення міді — згідно з чинним нормативним документом.

Компресор, що забезпечує подавання стисненого повітря, або **балон зі стисненим повітрям** — згідно з чинним нормативним документом.

Ацетилен — згідно з ГОСТ 5457.

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118 або ГОСТ 14261.

Кислота азотна — згідно з ГОСТ 4461 або ГОСТ 11125, розведена 1:1.

Залізо карбонільне — згідно з ГОСТ 13610.

Мідь металева, ос. ч. — згідно з ДСТУ ГОСТ 546.

Стандартні розчини

Розчин А: 1 г металевої міді розчиняють нагріваючи у 20 см^3 азотної кислоти, розведеної 1:1. Розчин охолоджують, переносять у мірну колбу місткістю 1 дм^3, доливають до позначки водою і перемішують.

1 см^3 розчину А містить 0,001 г міді.

Розчин Б: 10 см^3 розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 100 см^3, доливають до позначки водою і перемішують.

1 см^3 розчину Б містить 0,0001 г міді.

6.3 Підготування до аналізу

Прилад готують до аналізу відповідно до інструкції. Настроюють спектрофотометр на резонансну лінію 324,7 нм. Після вмикання подавання газу та запалювання пальника розпилюють воду в полум'я і встановлюють нульове показання приладу.

6.4 Аналізування

Наважку сталі або чавуну масою 1 г вносять у стакан місткістю 100 см^3 і розчиняють у 15 см^3 соляної кислоти та 5 см^3 азотної кислоти й випарюють насухо. Сухий залишок розчиняють у 4 см^3 соляної кислоти, додають від 20 см^3 до 30 см^3 води і нагрівають до розчинення солей. Охолоджений розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см^3, доливають до позначки водою і перемішують. Під час аналізування чавунів або в разі випадання в осад кремнієвої кислоти розчин фільтрують через сухий фільтр «біла стрічка» в суху конічну колбу і відкидають перші дві порції фільтрату.

Якщо масова частка міді становить менше ніж 0,10 %, визначають мідь безпосередньо з отриманого розчину. Якщо масова частка міді понад 0,10 %, відбирають аліквотну частину розчину 20 см^3 у мірну колбу місткістю 100 см^3, додають 4 см^3 соляної кислоти, доливають водою до позначки і перемішують. Для готування нульового розчину в мірну колбу місткістю 100 см^3 вносять 4 см^3 соляної кислоти, доливають до позначки водою і перемішують.

Одночасно за тих самих умов готують розчин контрольного досліду: 1 г карбонільного заліза вносять у стакан місткістю 100 см^3 і далі аналізують, як зазначено.

Розчини розпилюють у порядку зростання абсорбції до отриманого стабільних показань для кожного розчину, починаючи з нульового. Перед розпиленням кожного розчину розпилюють воду для промивання системи та перевіряння нульової точки.

Від значення абсорбції кожного аналізованого розчину віднімають значення абсорбції розчину контрольного досліду.

Масу міді визначають за градуювальним графіком.

6.5 Побудова градуювального графіка

У шість мірних колб місткістю 100 см^3 послідовно вносять 1,0; 3,0; 5,0; 6,0; 7,0; 10,0 см^3 стандартного розчину міді Б, що відповідає $1 \cdot 10^{-4}$; $3 \cdot 10^{-4}$; $5 \cdot 10^{-4}$; $6 \cdot 10^{-4}$; $7 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-3}$ г міді. У сьомій колбі проводять контрольний дослід. У всі колби додають 4 см^3 соляної кислоти, доливають водою до позначки і перемішують. Далі аналізують, як зазначено у 6.4.

За отриманими значеннями абсорбції та відповідними до них значеннями маси міді будують градуювальний графік.

6.6 Опрацювання результатів

Масову частку міді X_2, у відсотках обчислюють за формулою:

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \qquad (3)$$

де m_1 — маса міді в аналізованій пробі, визначена за градуювальним графіком, г;

m — маса наважки проби, яка відповідає аліквотній частині розчину, г.

7 НОРМИ ТОЧНОСТІ

Норми точності та нормативи контролю точності визначення масової частки міді наведено в таблиці 1.

Таблиця 1

У відсотках

Масова частка міді					Границя допустимої похибки результатів аналізу Δ	Допустима розбіжність			
						двох середніх результатів аналізу, отриманих у різних умовах, D_2	двох паралельних визначень d_2	трьох паралельних визначень d_3	результатів аналізу стандартного зразка від атестованого значення δ
Від	0,01	до	0,02	включ.	0,004	0,005	0,004	0,005	0,002
Понад	0,02	»	0,05	»	0,006	0,007	0,006	0,007	0,004
»	0,05	»	0,10	»	0,010	0,012	0,010	0,012	0,006
»	0,1	»	0,2	»	0,017	0,021	0,017	0,021	0,011
»	0,2	»	0,5	»	0,026	0,033	0,028	0,034	0,017

8 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ОПЕРАТОРА

До роботи з обладнанням допускають осіб, які вивчили методику виконання вимірювань, інструкції з експлуатації устаткування і правила експлуатування електроустановок, пройшли відповідний інструктаж і яких допущено до роботи у встановленому на підприємстві (організації) порядку.

9 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

9.1 Під час аналізування треба дотримуватися вимог щодо безпеки, викладених в інструкціях, що діють у хімічних лабораторіях, і розроблених згідно з ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.010, ДСТУ 7237 та іншими чинними нормативними документами.

9.2 Треба особливо обережно працювати з органічними розчинами. Необхідно пам'ятати, що пари органічних розчинників токсичні та вибухонебезпечні.

9.3 Під час вимірювання на атомно-абсорбційному спектрофотометрі обов'язково треба врахувати:

— вибухонебезпечність ацетилену;

— необхідність захисту очей оператора від ультрафіолетового випромінювання кольоровим склом;

— заповнення гідрозатвора водою.

Після закінчення роботи треба ретельно промити систему подавання і розпилення розчину та головку пальника, оскільки забруднений солями пальник може спричинити проскакування полум'я всередину пальника.

ДОДАТОК А
(довідковий)

ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ МІДІ ВІД 0,1 % ДО 0,5 % У ВИГЛЯДІ АМІАЧНОГО КОМПЛЕКСУ

А.1 Суть методу

Метод ґрунтується на утворенні забарвленої в синій колір комплексної сполуки міді з аміаком і вимірюванні світлопоглинання отриманого комплексу за довжини хвилі 675 нм.

А.2 Апаратура та реактиви

Спектрофотометр або фотоелектроколориметр — згідно з чинним нормативним документом.

Кислота азотна — згідно з ГОСТ 4461 або ГОСТ 11125, розведена 1:1 та 1:2.

Кислота сірчана — згідно з ГОСТ 4204 або ГОСТ 14262, розведена 1:1.

Залізо карбонільне — згідно з ГОСТ 13610.

Амоній надсірчанокислий — згідно з ГОСТ 20478, розчин масовою концентрацією 150 г/дм^3.

Аміак водний — згідно з ГОСТ 3760.

Мідь металева, ос. ч. — згідно з ДСТУ ГОСТ 546.

Стандартний розчин міді: 1 г металевої міді розчиняють нагріваючи у 25—30 см^3 азотної кислоти, розведеної 1:1, доливають 25 см^3 сірчаної кислоти, розведеної 1:1, і випарюють розчин до появи парів сірчаної кислоти. Після охолодження розчину солі розчиняють у воді, переносять розчин у мірну колбу місткістю 1 дм^3, доливають до позначки водою і перемішують.

1 см^3 розчину містить 0,001 г міді.

А.3 Аналізування

Наважку сталі або чавуну масою 1 г вміщують у конічну колбу місткістю 100 см^3 і розчиняють нагріваючи у 30 см^3 азотної кислоти, розведеної 1:2. Розчин кип'ятять до повного видалення оксидів азоту. До гарячого розчину додають 10 см^3 розчину надсірчанокислого амонію, кип'ятять 3 хв і охолоджують. У разі наявності хрому і нікелю додають сухий надсірчанокислий амоній кількістю від 3 г до 5 г.

Розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см^3 і обережно додають невеликими порціями, безперервно перемішуючи, 40 см^3 аміаку, потім охолоджують, розбавляють водою до позначки і ретельно перемішують.

Дають відстоятися основній масі осаду і фільтрують розчин через сухий фільтр «біла стрічка» в суху колбу. Перші порції фільтрату відкидають.

Оптичну густину розчину вимірюють на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 650 нм до 700 нм або на спектрофотометрі за довжини хвилі 675 нм. Як розчин порівняння використовують воду.

Одночасно з аналізуванням проводять контрольний дослід на забруднення реактивів. Від значення оптичної густини аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини контрольного досліду.

Масу міді отримують за градуювальним графіком або методом порівняння зі стандартним зразком, близьким за складом до аналізованої проби, який пройшов усі стадії аналізування.

А.4 Побудова градуювального графіка

У шість конічних колб місткістю 100 см^3 вносять по 1 г карбонільного заліза, у п'ять із них послідовно додають 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного розчину, що відповідає 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,005 г міді. У шостій колбі проводять контрольний дослід. У колби додають 30 см^3 азотної кислоти, розведеної 1:2, і далі аналізують, як зазначено в А.3. Як розчин порівняння використовують воду.

За отриманими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси міді будують градуювальний графік. Допустимо будувати градуювальний графік в координатах оптична густина — масова частка міді.

А.5 Опрацювання результатів

Масову частку міді X_4 у відсотках обчислюють за формулою:

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (4)$$

де m_1 — маса міді в аналізованій пробі, визначена за градуювальним графіком, г;

m — маса наважки проби, г.

Код УКНД 77.080.01

Ключові слова: сталь вуглецева, чавун нелегований, метод, наважка, розчин, мідь, масова частка, градуювальний графік.

Редактор **О. Ніколаєнко**

Технічний редактор **О. Марченко**

Верстальник **В. Мультян**

Підписано до друку 21.04.2016. Формат 60 × 84 1/8.

Ум. друк. арк. 1,39. Зам. 664 Ціна договірна.

Виконавець

Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)

вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру видавців, виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 серія ДК № 1647