ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЦИНК

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

ГОСТ 19251.3—79

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.5:546.56.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЦИНК

Метод определения меди

Zinc.
Method of copper determination

ГОСТ 19251.3—79

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле меди от 0,0005 до 0,08 %) метод определения меди.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 19251.0.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении навески в азотной кислоте и фотометрическом определении содержания меди с диэтилдитиокарбаматом свинца в области длин волн 430—455 нм или купризоном при длине волны 600 нм.

Чувствительность метода определения меди с диэтилдитиокарбаматом свинца — 2 мкг в объеме 25 см^3, чувствительность определения меди с купризоном — 10 мкг в объеме 50 см^3.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний лимоннокислый, раствор 100 г/дм^3.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300, разбавленный 1:1.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027.

Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864, раствор 10 г/дм^3.

Раствор диэтилдитиокарбамата свинца: 0,2 г уксуснокислого свинца растворяют в 20 см^3 воды, прибавляют 2 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия и оставляют на 30 мин. Переносят раствор в делительную воронку вместимостью 250—300 см^3, прибавляют 10 см^3 хлороформа (четыреххлористого углерода) и встряхивают содержимое воронки в течение 1 мин. Окрашенный экстракт отбрасывают. В воронку прибавляют 1 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 10 см^3 хлороформа (четыреххлористого углерода) и встряхивают в течение 1 мин. Если экстракт окрашивается в желтый цвет следами меди — очистку от меди повторяют до получения бесцветного экстракта. К водному раствору в воронке прибавляют 20 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия и образовавшийся

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

осадок диэтилдитиокарбамата свинца растворяют в хлороформе (четыреххлористом углероде), добавляя последний порциями по 150 см³. После отстаивания экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки хлороформом (четыреххлористым углеродом) и перемешивают. Раствор устойчив длительное время, если хранится в склянке с притертой пробкой и в темноте.

Примечание. Допускается очистка раствора уксуснокислого свинца с цианидом калия.

Хлороформ (трихлорметан, четыреххлористый углерод по ГОСТ 20288).

Купризон, 0,5 %-ный раствор: 0,5 г реактива растворяют в 20 см³ горячего этилового спирта, разбавленного 1:1, охлаждают, доливают до объема 100 см³ спиртом, разбавленным 1:1, и перемешивают.

Медь марки М0 по ГОСТ 859.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: навеску меди массой 0,1000 г растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до удаления оксидов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг меди.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг меди.

Раствор В: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,004 мг меди.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.3. Проведение анализа с диэтилдитиокарбаматом свинца

2.3.1. Навеску цинка массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты. Приливают 50 см³ воды, кипятят до удаления оксидов азота и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Аликвотную часть раствора (табл. 1) помещают в делительную воронку вместимостью 100 см³, разбавляют до 50 см³ водой (метка на делительной воронке). Прибавляют из бюретки 25 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца и встряхивают 1 мин. Отстоявшийся экстракт сливают в сухую колбу вместимостью 50 см³, закрывают крышкой и дают отстояться 10—20 мин.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 436 нм или на фотоэлектроколориметре, в области длин волн 430—455 нм в соответствующей кювете (табл. 1).

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Объем аликвотной части раствора, см³	Толщина слоя кюветы, мм
От 0,0005 до 0,002	50	50
Св. 0,002 » 0,01	20	50
» 0,01 » 0,03	5	50
» 0,03 » 0,08	5	20

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит хлороформ (четыреххлористый углерод).

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.3.2. Для построения градуировочных графиков в шесть делительных воронок наливают по 50 см³ воды, добавляют 2—3 капли азотной кислоты, предварительно прокипяченной, отмеряют 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0, 2, 4, 8, 12 и 16 мкг меди (серия I).

В восемь делительных воронок наливают по 50 см³ воды, добавляют 2—3 капли азотной кислоты, предварительно прокипяченной, отмеряют 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 4,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 5; 10; 15; 20; 25; 30 и 40 мкг меди (серия II).

Из бюретки прибавляют в делительные воронки по 25 см³ диэтилдитиокарбамата свинца и взбалтывают 1 мин. Отстоявшийся экстракт сливают в сухую колбу вместимостью 50 см³, закрывают крышкой и дают отстояться 10—20 мин.

Оптическую плотность растворов измеряют, как указано в п. 2.3.1, в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм для растворов I серии и 20 мм — II серии.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массовым долям меди строят градуировочные графики.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.4. Проведение анализа с купризоном

2.4.1. Навеску цинка массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 10 см^3 соляной кислоты. После растворения пробы добавляют 10 капель пероксида водорода и упаривают раствор до сиропообразного состояния, избегая выделения солей цинка. Раствор разбавляют небольшим количеством воды и охлаждают. Для анализа берут весь раствор или часть его после разбавления в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Объем раствора пробы, см^3	Объем аликвотной части раствора, см^3
От 0,001 до 0,01	—	Весь
Св. 0,01 » 0,04	100	20
» 0,04 » 0,08	100	10

Часть раствора или весь раствор помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, осторожно приливают аммиак до появления осадка гидроксида цинка, который затем растворяют путем добавления 1—2 капель соляной кислоты. Приливают 5 см^3 раствора лимоннокислого аммония и аммиак до pH 9. Раствор охлаждают и добавляют 5 см^3 раствора купризона. Через 10 мин доводят раствор водой до метки, перемешивают и оставляют на 1 ч.

Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 600 нм в соответствующей кювете.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит раствор контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2.4.2. Для построения градуировочного графика в семь из восьми мерных колб вместимостью 50 см^3 отмеривают 1; 2; 4; 6; 8; 10 и 12,5 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 10; 20; 40; 60; 80; 100 и 125 мкг меди. В каждую колбу приливают по 5 см^3 раствора лимоннокислого аммония и далее анализ проводят, как указано в п. 2.4.1.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям меди строят градуировочный график.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю меди (X), %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1 \cdot 10000},$$

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

m_1 — масса навески пробы, содержащаяся в отобранной части раствора, г.

2.5.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью P=0,95 не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля меди, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,0005 до 0,0020 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0020 » 0,0050 »	0,0004	0,0006
» 0,0050 » 0,0100 »	0,0007	0,0010
» 0,0100 » 0,0250 »	0,0010	0,0015
» 0,025 » 0,050 »	0,003	0,004
» 0,050 » 0,080 »	0,005	0,007

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Раздел 3. **(Исключен, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.И. Лысенко, Л.И. Максай, Р.Д. Коган, В.А. Колесникова, Н.А. Романенко, Р.А. Пестова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.08.79 № 3077

3. Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 от 26.04.95)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Азербайджан	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Киргизстан	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Республика Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

4. Периодичность проверки 5 лет

5. ВЗАМЕН ГОСТ 19251.3—73

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 859—78	2.2
ГОСТ 1027—67	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2
ГОСТ 8864—71	2.2
ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 19251.0—79	1.1
ГОСТ 20288—74	2.2

7. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

8. ПЕРЕИЗДАНИЕ (февраль 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в октябре 1984 г., апреле 1989 г., июне 1996 г. (ИУС 1—85, 7—89, 9—96)

Редактор *М.И.Максимова*
Технический редактор *В.Н.Прусакова*
Корректор *М.С.Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н.Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.02.98. Подписано в печать 20.03.98. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,60.
Тираж 160 экз. С/Д 4477. Зак. 142.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru