МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 10554— 2016

РЕАКТИВЫ

Колориметрические методы определения примеси меди

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. № 49)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 ноября 2016 г. № 1667-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10554—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 10554—74

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Колориметрические методы определения примеси меди

Reagents. Colorimetric methods for determination of copper impurity

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает колориметрические методы определения примеси меди с применением:

- диэтилдитиокарбамата свинца или диэтилдитиокарбамата натрия;
- купризона [бис(циклогексанон)оксалилдигидразона].

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 342 Реактивы. Натрий дифосфат 10-водный. Технические условия

ГОСТ 1027 Реактивы. Свинец (II) уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3652 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4919.1* Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5456 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5556 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 5830 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 5845 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8864 Реактивы. Натрия N,N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин- N, N, N', N'- тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 18300** Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24104*** Весы лабораторные. Общие технические требования

---

* Действует ГОСТ 4919.1—2016.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru ю указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования

3.1 Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы высокого класса точности (II) по ГОСТ 24104.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3.2 Величину навески анализируемого реактива, в зависимости от массовой доли в нем меди, устанавливают в нормативном документе или технической документации на соответствующий реактив.

В навеске анализируемого реактива масса меди должна быть в количествах, указанных ниже:

- 0,001—0,020 мг — при определении с применением диэтилдитиокарбамата свинца или диэтилдитиокарбамата натрия, при этом в растворах сравнения для построения градуировочного графика масса меди: 0,0010, 0,0025, 0,0050, 0,0100 и 0,0200 мг;
- 0,002—0,030 мг — при определении с применением купризола, при этом в растворах сравнения для построения градуировочного графика масса меди: 0,002, 0,005, 0,010, 0,020 и 0,030 мг.

3.3 Навеску анализируемого реактива, а также навески реактивов для приготовления необходимых растворов, применяемых при определении массовой доли меди, взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

3.4 Раствор массовой концентрации меди (Cu) 1 мг/см^3 меди готовят по ГОСТ 4212.

3.5 При проведении анализа после добавления каждого реактива растворы перемешивают.

3.6 При фотометрических определениях построение градуировочного графика и вычисление массовой доли примеси меди — по ГОСТ 27025 (9.3.6 и 9.3.7 соответственно).

Градуировочный график проверяют не реже одного раза в 30 дней, а также при смене реактивов или приборов.

3.7 Выбор метода и дополнительные условия определения предусматривают в нормативном документе или технической документации на соответствующий реактив.

3.8 При работе с органическими растворителями необходимо соблюдать меры предосторожности: все работы проводят вдали от огня в вытяжном шкафу с сильной тягой.

4 Методы анализа

4.1 Метод с применением диэтилдитиокарбамата свинца

4.1.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в желтовато-коричневый цвет комплексного соединения меди (II) с диэтилдитиокарбаматом свинца и экстракции его хлороформом. Интенсивность окраски хлороформного слоя определяют фотометрически или визуально-колориметрически. Определение проводят при pH 1—6.

4.1.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр любого типа с погрешностью измерения не более 1 %, имеющий светофильтр с максимумом поглощения (410 ± 10) нм.

Воронка ВД-1(3)—50 (100,1000) ХС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2—100—22 ХС по ГОСТ 25336.

Колба 1—50—2 и 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1(2)—1(2)—1—5(10,25) по ГОСТ 29227.

Пробирки П-2—20—14/23 ХС по ГОСТ 1770.

Цилиндр 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 5 %.

Бумага индикаторная универсальная.

Вата медицинская гигроскопичная по ГОСТ 5556.

Натрия N,N-диэтилдитиокарбамат 3-водный по ГОСТ 8864, раствор с массовой долей 0,4 %, свежеприготовленный.

Свинца (II) N, N-диэтилдитиокарбамат, раствор с массовой долей 0,025 %; готовят следующим образом: 50 $см^3$ раствора 3-водного N, N-диэтилдитиокарбамата натрия и 1 г 4-водного виннокислого калия-натрия помещают в делительную воронку вместимостью 1000 $см^3$, прибавляют 50 $см^3$ раствора уксуснокислого свинца и нейтрализуют раствором аммиака по феноловому красному. В раствор с образовавшимся осадком приливают 500 $см^3$ хлороформа и встряхивают. При этом осадок растворяется. Хлороформный раствор дважды промывают, встряхивая его с порциями воды по 100 $см^3$ каждая, затем фильтруют через ватный тампон в сухую мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора хлороформом до метки и перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла (с пришлифованной пробкой). Раствор устойчив в течение месяца.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/$дм^3$; готовят по ГОСТ 25794.1.

Свинец (II) уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 1027, раствор с массовой долей 0,4 %.

Феноловый красный (фенолсульфофталеин) (индикатор), водно-спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Хлороформ фармакопейный.

4.1.3 Визуально-колориметрическое определение

25—50 $см^3$ нейтрального анализируемого раствора помещают в цилиндр, доводят pH раствора до 1—6 (по универсальной индикаторной бумаге) раствором серной кислоты, прибавляют 10 $см^3$ раствора N,N-диэтилдитиокарбамата свинца и энергично встряхивают в течение 2 мин.

После полного расслоения жидкости окраску хлороформного слоя анализируемого раствора сравнивают с окраской хлороформного слоя раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым таким же образом и содержащего в таком же объеме массу меди, соответствующую нормам нормативного документа или технической документации на соответствующий реактив и те же количества реактивов.

Окраска хлороформного слоя анализируемого раствора не должна быть интенсивнее окраски хлороформного слоя раствора сравнения.

Окраска диэтилдитиокарбаматного комплекса устойчива в течение 7 сут.

4.1.4 Фотометрическое определение

4.1.4.1 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят пять растворов сравнения. Для этого в делительные воронки вместимостью 50 $см^3$ каждая помещают пипеткой 1(2)—1(2)—1—25 растворы, содержащие в 25 $см^3$ соответственно: 0,0010; 0,0025; 0,0050; 0,0100 и 0,0200 мг меди Cu.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий меди Cu.

К каждому раствору прибавляют раствор серной кислоты до значения pH 1—6 (по универсальной индикаторной бумаге), 5 $см^3$ раствора N, N-диэтилдитиокарбамата свинца и энергично встряхивают в течение 2 мин. После разделения органический слой фильтруют через ватный тампон в сухую пробирку. К водному раствору снова прибавляют 5 $см^3$ раствора N,N-диэтилдитиокарбамата свинца, встряхивают в течение 1 мин и после разделения фильтруют органический слой через тот же фильтр в ту же пробирку. Объем объединенных экстрактов доводят хлороформом до 10 $см^3$ и перемешивают.

Оптическую плотность растворов сравнения и контрольного раствора измеряют по отношению к хлороформу в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм, пользуясь синим светофильтром, при длине волны 410—453 нм (λ_{max} = 436 нм).

При определении массы меди 0,01—0,02 мг оптическую плотность растворов сравнения и контрольного раствора допускается измерять в кюветах с толщиной поглощающего светового слоя 10 мм.

Перед каждым определением кюветы должны быть промыты хлороформом.

Из значения оптической плотности растворов сравнения вычитают оптическую плотность контрольного раствора.

По полученным данным строят градуировочный график.

4.1.4.2 Проведение анализа

К 25—50 см^3 нейтрального анализируемого раствора прибавляют раствор серной кислоты до значения pH 1—6 (по универсальной индикаторной бумаге), помещают в делительную воронку вместимостью 50 или 100 см^3, прибавляют 5 см^3 раствора N,N-диэтилдитиокарбамата свинца и энергично встряхивают в течение 2 мин. После разделения органический слой фильтруют через ватный тампон в пробирку.

К водному раствору прибавляют 5 см^3 раствора N,N-диэтилдитиокарбамата свинца, встряхивают в течение 1 мин и фильтруют через тот же фильтр в ту же пробирку. Объем объединенных экстрактов доводят хлороформом до 10 см^3 и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор так же, как при построении градуировочного графика.

Значение оптической плотности анализируемого и контрольного растворов измеряют по отношению к хлороформу так же, как при построении градуировочного графика.

Перед каждым определением кюветы должны быть промыты хлороформом.

Из значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности контрольного раствора.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу меди в анализируемом растворе, мг.

4.1.4.3 Чувствительность метода — 0,0005 мг в 10 см^3 экстрагента.

4.1.4.4 Обработка результатов

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, приведенного в таблице 1.

Пределы допускаемой относительной суммарной погрешности анализа при доверительной вероятности P = 0,95 представлены в таблице 1.

Таблица 1

Масса меди, мг	Допускаемое расхождение, %	Предел допускаемой суммарной погрешности, %
0,0010	50	±30
0,0025	20	±10
0,0050	15	±10
0,0100	15	±10
0,0200	15	±10

4.2 Метод с применением диэтилдитиокарбамата натрия

4.2.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в желтовато-коричневый цвет комплексного соединения меди (II) с диэтилдитиокарбаматом натрия и экстракции его изоамиловым спиртом. Интенсивность окраски изоамилового слоя определяют фотометрически.

4.2.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр любого типа с погрешностью измерения не более 1 %, имеющий светофильтр с максимумом поглощения (440 ± 10) нм.

Воронка ВД-1 (3)—50 (100) ХС по ГОСТ 25336.

Колба 1—50 (100)—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—100—22 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1(2)—1(2)—1—1(5, 10, 25) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1—50—2 по ГОСТ 1770.

Кислота лимонная моногидрат и безводная по ГОСТ 3652, раствор с массовой долей лимонной кислоты 25 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %.

Натрия N,N-диэтилдитиокарбамат 3-водный по ГОСТ 8864, раствор с массовой долей N,N-диэтилдитиокарбамата натрия 0,1 %, свежеприготовленный.

Натрий дифосфат 10-водный по ГОСТ 342, раствор с массовой долей дифосфата натрия 5 %.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (ди-Na-ЭДТА) по ГОСТ 10652, раствор с массовой долей ди-Na-ЭДТА 5 %.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456.

4.2.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят пять растворов сравнения. Для этого в делительную воронку помещают пипеткой растворы, содержащие в 30 $см^3$ соответственно 0,0010; 0,0025; 0,0050; 0,0100 и 0,0200 мг меди. Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий меди.

К каждому раствору прибавляют 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, 1 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА и 2 $см^3$ раствора дифосфата натрия. Добавляют в каждый раствор пипеткой по 6 $см^3$ воды, перемешивают, добавляют по 7 $см^3$ изоамилового спирта и два раза по 1 $см^3$ раствора N,N-диэтилдитиокарбамата натрия, тщательно перемешивая сразу после каждого добавления раствора N,N-диэтилдитиокарбамата натрия в течение 1 мин. После полного расслоения водные слои отбрасывают, а спиртовые слои переносят в кюветы с толщиной поглощающего светового слоя 10 мм, добавляют по 0,2 $см^3$ этилового спирта, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и накрывают кюветы стеклянными крышками.

Через 5 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору при длине волны 410—453 нм (λ_{max} = 436 нм).

По полученным данным строят градуировочный график.

4.2.4 Проведение анализа

4.2.4.1 30 $см^3$ анализируемого раствора помещают в делительную воронку, добавляют 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, 1 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА, 2 $см^3$ раствора дифосфата натрия, добавляют пипеткой 6 $см^3$ воды, добавляют 7 $см^3$ изоамилового спирта и два раза по 1 $см^3$ раствора N,N-диэтилдитиокарбамата натрия, тщательно перемешивают сразу после каждого прибавления раствора диэтилдитиокарбамата натрия в течение 1 мин.

После полного расслоения водный слой отбрасывают, спиртовой слой переносят в кюветы с толщиной слоя поглощения света 10 мм, добавляют 0,2 $см^3$ этилового спирта, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и накрывают кюветы стеклянной крышкой.

Одновременно готовят контрольный раствор так же, как при построении градуировочного графика. Через 5 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору так же, как при построении градуировочного графика.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу меди в анализируемом растворе, мг.

4.2.4.2 Определение примеси меди в солях железа проводят с добавлением 10 $см^3$ раствора лимонной кислоты с массовой долей 25 % после прибавления дифосфата натрия. Соли окиси железа предварительно должны быть восстановлены гидрохлоридом гидроксиламина.

4.2.4.3 Чувствительность метода — 0,0005 мг в 10 $см^3$ экстрагента.

4.2.5 Обработка результатов

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, приведенного в таблице 2.

Пределы допускаемой относительной суммарной погрешности результатов анализа при доверительной вероятности P = 0,95 представлены в таблице 2.

Таблица 2

Масса меди, мг	Допускаемое расхождение, %	Предел допускаемого значения суммарной погрешности, %
0,0010	50	±30
0,0025	20	±10
0,0050	15	±10
0,0100	15	±10
0,0200	15	±10

4.3 Метод с применением купризона

4.3.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в синий цвет комплексного соединения меди (II) с купризоном. Интенсивность окраски определяют фотометрически или визуально-колориметрически. Определение проводят в аммиачно-цитратной среде при pH 8,5—9,5.

4.3.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр любого типа с погрешностью измерения не более 1 %, имеющий светофильтр с максимумом поглощения (590 ± 10) нм.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1(2)—1(2)—1—5(10, 25) по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1—50—2 и 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517.

Аммоний лимоннокислый однозамещенный, раствор с массовой долей 10 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Купризон [бис(циклогексаноп)оксалилдигидразон], водно-спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %; раствор готовят следующим образом: 0,100 г купризона помещают в мерную колбу, растворяют в 50 $см^3$ горячего этилового спирта, раствор охлаждают, доводят его объем раствором этилового спирта до метки и перемешивают.

Раствор устойчив при хранении в течение месяца.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт, раствор с массовой долей 50 %.

4.3.3 Визуально-колориметрическое определение

30 $см^3$ нейтрального анализируемого раствора помещают в цилиндр вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 2,5 $см^3$ раствора лимоннокислого аммония, доводят pH раствором аммиака до 8,5—9,5 (по универсальной индикаторной бумаге), прибавляют 2,5 $см^3$ раствора купризона и доводят объем раствора водой до 50 $см^3$.

Через 10 мин на фоне молочного стекла в проходящем свете сравнивают окраску анализируемого раствора с окраской раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме массу миллиграммов меди, соответствующую норме нормативного документа или технической документации на соответствующий реактив и те же количества реактивов.

Окраска анализируемого раствора не должна быть интенсивнее окраски раствора сравнения.

Окраска купризонового комплекса устойчива в течение 1 ч.

4.3.4 Фотометрическое определение

4.3.4.1 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят пять растворов сравнения. Для этого в мерные колбы помещают пипеткой растворы, содержащие в 30 $см^3$ соответственно: 0,002, 0,005, 0,010, 0,020 и 0,030 мг меди.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий меди.

В каждый раствор прибавляют по 2,5 $см^3$ раствора лимоннокислого аммония, 1 $см^3$ раствора аммиака (pH раствора должен быть 8,5—9,5), 2,5 $см^3$ раствора купризона и доводят объемы растворов водой до метки.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, пользуясь желтым светофильтром при длине волны 580—620 нм (λ_{max} = 600 нм).

При определении массы меди 0,01—0,03 мг оптическую плотность растворов сравнения и контрольного раствора допускается измерять в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

4.3.4.2 Проведение анализа

30 см^3 нейтрального анализируемого раствора помещают в мерную колбу, прибавляют 2,5 см^3 раствора лимоннокислого аммония, доводят pH раствора раствором аммиака до 8,5—9,5 (по универсальной индикаторной бумаге), прибавляют 2,5 см^3 раствора купризона и доводят объем раствора водой до метки. Одновременно готовят контрольный раствор так же, как при построении градуировочного графика.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору так же, как при построении градуировочного графика.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу меди в анализируемом растворе в миллиграммах.

4.3.4.3 Чувствительность метода — 0,001 мг в 25 см^3 раствора.

4.3.4.4 Обработка результатов

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, приведенного в таблице 3.

Пределы допускаемой относительной суммарной погрешности результатов анализа при доверительной вероятности P = 0,95 представлены в таблице 3.

Таблица 3

Масса меди, мг	Допускаемое расхождение, %	Предел допускаемого значения суммарной погрешности, %
0,002	30	±20
0,005	30	±20
0,010	15	±10
0,020	15	±10
0,030	15	±10

УДК 543-41:542.2:006.354 МКС 71.040.30

Ключевые слова: реактивы, методы анализа, колориметрические методы определения примеси меди

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 28.03.2019. Подписано в печать 16.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,25.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru