МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.776:546.56.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения меди

Selenium. Method of copper determination

ГОСТ 20996.8—82*

Взамен ГОСТ 10431—63 в части разд. IV

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. № 2481 дата введения установлена

01.07.83

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения меди (при массовой доле меди 0,001—0,06 %).

Метод основан на реакции образования окрашенного комплексного соединения ионов меди с диэтилдитиокарбаматом свинца и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 420—440 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20996.0—82.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 — 77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 3:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор 100 г/дм^3 в растворе соляной кислоты (3:1).

Хлороформ по ГОСТ 20015—88.

Медь по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: навеску меди массой 0,1 г растворяют в 5—8 см^3 азотной кислоты, выпаривают раствор до небольшого объема, добавляют 20—25 см^3 раствора серной кислоты (1:1), выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. Охлаждают, приливают 40—50 см^3 воды и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг меди.

Раствор Б: аликвотную часть 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг меди.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

**Издание (май 2000 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 3—88)*

© Издательство стандартов, 1982

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Диэтилдитиокарбамат свинца (II), раствор 0,5 г/дм³ в хлороформе: 0,5 г соли помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 200—300 см³ хлороформа и перемешивают до растворения навески. Разбавляют хлороформом до метки и снова перемешивают. Раствор хранят в темном месте в склянке из темного стекла.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску селена массой 0,2—1 г (в зависимости от массовой доли меди) помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, прибавляют 15—20 см³ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом (стеклянной пластинкой) и выдерживают без нагревания до прекращения бурной реакции выделения окислов азота. Затем нагревают и выпаривают досуха. Выдерживают сухой остаток на плите 8—10 мин. Операцию повторяют два раза, прибавляя каждый раз по 5—7 см³ азотной кислоты и выпаривая остаток.

К сухому остатку прибавляют 5—7 см³ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, добавляют 30—40 см³ воды, кипятят, охлаждают и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 20—50 см³ и переносят ее в делительную воронку вместимостью 150—200 см³, нейтрализуют аммиаком до появления легкой мути гидроокиси железа, которую растворяют в 3—4 каплях раствора соляной кислоты (1:1), устанавливают pH 3—4 при помощи универсальной индикаторной бумаги. Если в анализируемом растворе мало железа, к аликвотной части добавляют 0,5 см³ раствора хлорного железа и проводят указанную выше операцию.

К нейтрализованному в делительной воронке раствору приливают 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца и энергично встряхивают 2 мин. После расслоения жидкостей слой хлороформа сливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, а к водному раствору в делительной воронке приливают 10 см³ диэтилдитиокарбамата свинца и экстракцию повторяют.

Если хлороформный слой имеет желтую окраску, экстракцию повторяют с 5 см³ реактива. Все экстракты собирают в мерной колбе вместимостью 50 см³, доливают хлороформ до метки и перемешивают.

Величину оптической плотности измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 420 нм и кювету толщиной поглощающего слоя 20 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу меди находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Построение градуировочного графика

В семь делительных воронок вместимостью по 150—200 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 мг меди. Добавляют по 0,5 см³ раствора хлорного железа, воды до 50—60 см³ и далее проводят анализ, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий медь.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 V 100}{m V_1 1000},$$

где m_1 — количество меди, найденное по градуировочному графику, мг;

V — объем мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески селена, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля меди, %	Абсолютное допустимое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений	полученных в лабораториях разных предприятий
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0003	0,0005
Св. 0,0030 » 0,0060 »	0,0007	0,0010
» 0,006 » 0,010 »	0,001	0,002
» 0,010 » 0,030 »	0,002	0,004
» 0,030 » 0,060 »	0,003	0,005

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 25.07.2000. Усл. печ. л. 0,47.
Уч.-изд. л. 0,30. Тираж 104 экз. С 5582. Зак. 665.

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

Изменение № 2 ГОСТ 20996.8—82 Селен технический. Метод определения меди

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 76-П от 27.03.2015)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 10872

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KZ, KG, RU, TJ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Стандарт дополнить разделами — 1а — 1б (перед разделом 1):

«1а. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 859—2014 Медь. Марки

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20996.0—2014 Селен технический. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

---

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

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ ИСО 5725-6—2003** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом, следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

1б. Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли меди соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

---

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2016—11—01.

Т а б л и ц а 1 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли меди, при доверительной вероятности P = 0,95

В процентах

Диапазон измерений массовой доли меди	Показатель точности ±Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0003	0,0003	0,0005
Св. 0,0030 » 0,0060 »	0,0007	0,0007	0,0010
» 0,006 » 0,010 »	0,001	0,001	0,002
» 0,010 » 0,030 »	0,002	0,002	0,004
» 0,030 » 0,060 »	0,003	0,003	0,005

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны от 420 до 440 нм;
- весы специального класса точности по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2—50—2, 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;
- стекло часовое;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С или аналогичную;
- воронки делительные ВД-1—250 ХС по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 3:1 и 1:1;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор массовой концентрацией 100 г/дм^3 в соляной кислоте, разбавленной 3:1;
- хлороформ по ГОСТ 20015;
- медь по ГОСТ 859;
- диэтилдитиокарбамат свинца (II) по [2], раствор массовой концентрацией 0,5 г/дм^3 в хлороформе;
- бумагу индикаторную универсальную по [3]».

Стандарт дополнить разделом — 3а (перед разделом 3):

«3а. Подготовка к проведению измерений

3а.1. При приготовлении раствора диэтилдитиокарбамат свинца (II), массовой концентрацией 0,5 г/дм^3 в хлороформе: 0,5 г соли помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют от 200 до 300 см^3 хлороформа и перемешивают до растворения навески. Разбавляют хлороформом до метки и снова перемешивают. Раствор хранят в темном месте в склянке из темного стекла.

3а.2. Для построения градуировочного графика готовят растворы меди известной концентрации

При приготовлении раствора А массовой концентрации меди 0,1 мг/см^3 навеску меди массой 0,1000 г растворяют в 5—8 см^3 азотной кислоты, выпаривают раствор до небольшого объема, приливают от 20 до 25 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. Охлаждают, приливают от 40 до 50 см^3 воды и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации меди 0,01 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

3а.3. Построение градуировочного графика

В семь делительных воронок, вместимостью 250 $см^3$ каждая, помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 $см^3$ раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг меди. Добавляют по 0,5 $см^3$ хлорного железа, от 50 до 60 $см^3$ воды и далее проводят анализ по 3.1. В качестве раствора сравнения используют раствор, не содержащий медь».

Пункт 3.2 исключить.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции (таблицу исключить):

«4.2. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r, приведенных в таблице 1.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1)».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3:

«4.3. Абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, не должно превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1 (при доверительной вероятности $P = 0,95$). При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.5.3)».

Стандарт дополнить элементом «Библиография»:

«Библиография

[1] Технические условия ТУ 4389-001-44330709—2008	Плита нагревательная стеклокерамическая встраиваемая LOIP LH-304
[2] Технические условия ТУ 4389-001-44330709—2008	Свинец (II) диэтилдитиокарбамат
[3] Технические условия ТУ 6-09-1181—89	Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1—10 и 7—17».

(ИУС № 5 2016 г.)

gost.e-ecolog.ru