УДК 669.4 : 546.56.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ

Методы определения меди

Lead.
Methods for the determination of copper

ГОСТ 20580.2—80*

(СТ СЭВ 907—78)

Взамен
ГОСТ 20580.2—75

ОКСТУ 1725

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 апреля 1980 г. № 1976 срок действия установлен

с 01.12.80

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 20.12.83 № 6396 срок действия продлен

до 01.12.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения меди от 0,0002 до 0,15% в свинце (99,992—99,5%).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 907—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20580.0—80.

1.2. Правильность получаемых результатов анализа контролируется одновременным определением массовой доли меди в соответствующем СО свинца № 1591—79—1594—79.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С КУПРИЗОНОМ

Метод основан на образовании при pH 9 окрашенного в синий цвет соединения меди с купризоном и измерении оптической плотности полученного комплекса при длине волны 590 нм.

Свинец маскируют лимонной кислотой.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 20%-ный раствор.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

* *Переиздание декабрь 1984 г. с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1983 г. (ИУС 4—84).*

gost.e-ecolog.ru

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Купризон, 0,5%-ный раствор в смеси воды и спирта в соотношении 4 : 1.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, растворы с (NaOH) = =1 моль/дм³ и с (NaOH) =0,1 моль/дм³.

Боратный буферный раствор с pH 9,3±0,2: 12,367 г борной кислоты растворяют в 100 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм³ и разбавляют водой до 1000 см³. Затем 10,2 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм³ разбавляют полученным раствором до 100 см³.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—72.

Медь по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 0.1 г электролитной меди растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты и при слабом кипячении удаляют окислы азота. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг меди.

Раствор Б: 5 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,001 мг меди.

Вода бидистиллированная.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Проведение анализа

2.2.1. В зависимости от ожидаемой массовой доли меди берут навески свинца, масса которых указана в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Масса навески свинца, г	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,0002 до 0,0005	0,5	Весь объем
Св. 0,0005 » 0,001	1,0	20
» 0,001 » 0,005	0,5	10
» 0,005 » 0,01	0,5	5
» 0,01 » 0,05	0,25	3
» 0,05 » 0,15	0,2	2

Навеску растворяют в 7—8 см³ раствора азотной кислоты. После полного растворения раствор кипятят до удаления окислов азота. При массовой доле меди выше 0,0005% раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Весь раствор или его аликвотную часть, отобранную по табл. 1, содержащие от 1 до 8 мкг меди, выпаривают до объема 1—2 см³. Прибавляют 8 см³ раствора лимонной кислоты и слегка подщела-

чивают раствором аммиака до pH 9,0±0,2 по индикаторной бумаге. После этого раствор переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, обмывая стакан 5 см³ буферного раствора и 3—4 см³ воды. Приливают 4 см³ раствора купризона, доливают водой до метки, перемешивают и через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 590 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Количество меди в колориметрируемом объеме устанавливают по градуировочному графику.

2.2.2. Для построения градуировочного графика в восемь из девяти стаканов вместимостью 50 см³ вносят 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 и 8 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 и 8 мкг меди. Раствор выпаривают до объема 1—2 см³. Девятый стакан служит для проведения контрольного опыта. Во все девять стаканов приливают по 8 см³ раствора лимонной кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.2.1.

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

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТОМ СВИНЦА

Метод основан на способности иона меди замещать свинец в его диэтилдитиокарбаматном комплексе, растворенном в хлороформе. Желтую окраску образовавшегося диэтилдитиокарбамата меди фотометрируют в области длин волн 430—455 нм.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 2.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 10%-ный раствор.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79 или винная кислота по ГОСТ 5817—77, 40 и 10%-ные растворы.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 1%-ный раствор в спирте.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Вода бидистиллированная.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Хлороформ.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—72.

Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864—71.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67.

Раствор диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе: 0,1 г уксуснокислого свинца растворяют в 20 см³ воды, прибавляют 10 см³ 40%-ного раствора виннокислой калиево-натриевой соли и раствор гидроокиси натрия до щелочной реакции и исчезновения мути. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью

500 см³, прибавляют 0,1 г диэтилдитиокарбамата натрия, растворенного в 20 см³ воды, приливают 250 см³ хлороформа и экстрагируют до полного растворения белого осадка диэтилдитиокарбамата свинца. После отделения водной фазы хлороформный раствор встряхивают с бидистиллированной водой и фильтруют через сухой бумажный фильтр, собирая фильтрат в сухую мерную колбу вместимостью 500 см³, затем доливают до метки хлороформом. Если слой хлороформа мутный (вследствие неполного отделения воды), прибавляют несколько граммов безводного сернокислого натрия, хорошо перемешивают и снова фильтруют через сухой фильтр, собирая фильтрат в сухую посуду. Раствор сохраняют в темной склянке с притертой пробкой. При приготовлении этого раствора допускается применение цианистого калия для маскировки мешающих элементов.

Свинец по ГОСТ 3778—77.

Раствор свинца: навеску свинца массой 100 г растворяют в 350 см³ раствора азотной кислоты (1 : 1). После полного растворения свинца раствор разбавляют водой до 1 дм³. Перед употреблением раствор необходимо очистить от меди, для чего 250 см³ раствора поочередно взбалтывают с несколькими порциями по 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе до тех пор, пока последняя порция органического экстракта не станет бесцветной.

Медь по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 0,1000 г меди растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты (1 : 1) и при слабом кипячении удаляют окислы азота. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг меди.

Раствор Б: 5 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,005 мг меди.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. В зависимости от ожидаемой массовой доли меди берут навески свинца, масса которых указана в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,0002 до 0,0005	1,5	Весь объем
Св. 0,0005 » 0,002	1,0	Весь объем
» 0,002 » 0,005	1,0	20
» 0,005 » 0,01	0,5	20
» 0,01 » 0,05	0,25	1
» 0,05 » 0,15	0,25	5

Навеску свинца растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты (1 : 2) в присутствии 10 см³ 40%-ного раствора виннокислой калиево-натриевой соли. После полного растворения навески раствор кипятят для удаления окислов азота и основного количества кислоты. При массовой доле меди свыше 0,002% раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Весь раствор или его аликвотную часть, отобранную по табл. 2, содержащие от 3 до 25 мкг меди, переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³ и разбавляют водой до 50 см³. Прибавляют 5 см³ 40%-ного раствора виннокислой калиево-натриевой соли, добавляют 3—4 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют водным раствором аммиака до окрашивания раствора в красный цвет. Добавляют 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе и встряхивают 1 мин. Окрашенный слой хлороформа переносят в сухую мерную колбу вместимостью 25 см³. Экстрагирование повторяют еще раз с 5 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца. Объединенные органические фазы разбавляют хлороформом до метки и перемешивают. Далее раствор фильтруют через сухой фильтр, собирая фильтрат в сухой стакан. Измеряют оптическую плотность окрашенного прозрачного отфильтрованного органического экстракта при длине волны 436 нм

Раствором сравнения служит хлороформ.

Одновременно проводят контрольные опыты в тех же условиях со всеми, применяемыми в ходе анализа, реактивами.

Количество меди в колориметрируемом объеме устанавливают по градуировочному графику.

3.2.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи делительных воронок вместимостью по 100 см³ помещают раствор свинца в количестве, соответствующем количеству свинца в растворе пробы. Прибавляют соответственно по 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 и 25,0 мкг меди. Седьмая делительная воронка служит для проведения контрольного опыта. Во все семь воронок приливают воду до объема 50 см³ и далее поступают как указано в п. 3.2.1.

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — масса меди, найденная по градуировочному графику, г;

V — объем исходного раствора, см^3;

m — масса навески свинца, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0002 до 0,0005	0,0001
Св. 0,0005 » 0,001	0,0003
» 0,001 » 0,005	0,0005
» 0,005 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,05	0,003
» 0,05 » 0,15	0,005

Изменение № 2 ГОСТ 20580.2—80 Свинец. Методы определения меди

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 17.07.90 № 2208

Дата введения 01.01.91

Под наименованием стандарта заменить код: ОКСТУ 1725 на ОКСТУ 1709.

Пункт 1.1 после слова «анализа» дополнить словами: «и требования безопасности».

Пункт 1.2 исключить.

Пункт 2.1. Третий абзац. Заменить слова: «20 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³»;

пятый абзац. Заменить слова: «Купризон, 0,5 %-ный раствор» на «Купризон по ТУ 6—09—14—1380—77, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³»;

седьмой абзац. Заменить слова: «Натрия гидроокись» на «Натрия гидроксид»;

восьмой абзац. Заменить слова: «гидроокиси натрия» на «гидроксида натрия» (2 раза).

Раствор А. Заменить значение: 0,1 г на 0,100 г;

заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 2.2. Таблица 1. Графа «Масса навески свинца, г». Заменить значения: 0,5 на 0,500 (3 раза); 1,0 на 1,000; 0,25 на 0,250; 0,2 на 0,200;

второй абзац. Заменить слова: «окислов азота» на «оксидов азота».

Пункт 3.1. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³» «40 и 10 %-ные растворы» на «растворы с массовой концентрацией 400 г/дм³ и 100 г/дм³»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360—87, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³ в спирте»;

девятый абзац изложить в новой редакции: «Хлороформ или четыреххлористый углерод по ГОСТ 20288—74».

Раствор диэтилдитиокарбамата свинца. Заменить слова: «хлороформ» на «хлороформ или четыреххлористый углерод» (4 раза); «40 %-ного раствора виннокислой калиево-натриевой соли» на «раствора виннокислой калиево-натриевой соли с массовой концентрацией 400 г/дм³»; «раствор гидроокиси натрия» на «раствор гидроксида натрия»; «хлороформный раствор» на «экстракт».

Раствор свинца. Заменить слова: «в хлороформе» на «в хлороформе или четыреххлористом углероде».

Раствор А. Заменить значение и слова: 0,1000 г на 0,100 г, окислы азота» на «оксиды азота»;

заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.2.1. Таблица 2. Графа «Масса навески, г». Заменить значения: 1,5 на 1,500; 1,0 на 1,000 (2 раза); 0,5 на 0,500; 0,25 на 0,250 (2 раза);

второй абзац. Заменить слова: «40 %-ного раствора виннокислой калиево-натриевой соли» на «раствора виннокислой калиево-натриевой соли с массовой концентрацией 400 г/дм³», «окислов азота» на «оксидов азота»;

третий абзац. Заменить слова: «40 %-ного раствора виннокислой калиево-натриевой соли» на «раствора виннокислой калиево-натриевой соли с массовой концентрацией 400 г/дм³», «хлороформ» на «хлороформ или четыреххлористый углерод» (3 раза);

четвертый абзац. Заменить слово: «хлороформ» на «хлороформ или четыреххлористый углерод».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля меди, %	Допускаемые расхождения параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
0,0005 »	0,0001	0,0001
Св. 0,0005 » 0,0010 »	0,0003	0,0004
» 0,0010 » 0,0040 »	0,0005	0,0006
» 0,0040 » 0,0100 »	0,0010	0,0013
» 0,010 » 0,040 »	0,003	0,004
» 0,040 » 0,150 »	0,005	0,006

gost.e-ecolog.ru