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 см$^3$. После отстаивания экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 1 дм$^3$, 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 см$^3$ горячего этилового спирта, разбавленного 1:1, охлаждают, доливают до объема 100 см$^3$ 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 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до удаления оксидов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм$^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

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

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

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

Раствор В: 10 см$^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см$^3$ 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 см$^3$ растворяют при нагревании в 10 см$^3$ азотной кислоты. Приливают 50 см$^3$ воды, кипятят до удаления оксидов азота и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят водой до метки и перемешивают. Аликвотную часть раствора (табл. 1) помещают в делительную воронку вместимостью 100 см$^3$, разбавляют до 50 см$^3$ водой (метка на делительной воронке). Прибавляют из бюретки 25 см$^3$ раствора диэтилдитиокарбамата свинца и встряхивают 1 мин. Отстоявшийся экстракт сливают в сухую колбу вместимостью 50 см$^3$, 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, см$^3$ | 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 см$^3$ воды, добавляют 2—3 капли азотной кислоты, предварительно прокипяченной, отмеряют 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 см$^3$ стандартного раствора В, что соответствует 0, 2, 4, 8, 12 и 16 мкг меди (серия I).

В восемь делительных воронок наливают по 50 см$^3$ 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 см$^3$ 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 см$^3$ диэтилдитиокарбамата свинца и взбалтывают 1 мин. Отстоявшийся экстракт сливают в сухую колбу вместимостью 50 см$^3$, 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 322. Зак. 198.

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