МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.24:546.56.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

Методы определения меди

Nickel. Methods for the determination of copper

ГОСТ 13047.7—81*

Взамен ГОСТ 13047.7—67

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 декабря 1981 г. № 5514 срок введения установлен

с 01.01.82

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)

Настоящий мстандарт устанавливает фотометрический метод определения меди при массовой доле ее в никеле от 0,0005 до 1,1 % и атомно-абсорбционный метод при массовой доле ее в никеле от 0,006 до 1,1 %.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2251—80.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13047.1—81. Контроль точности результатов анализа осуществляют по ГСО или методом добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. МЕТОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в азотной кислоте, экстракции меди раствором диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе при pH от 5,7 до 6,3 и измерении оптической плотности раствора при длине волны 435 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

pH-метр.

Вода деионизированная или дистиллированная в кварцевом или стеклянном аппарате.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, раствор 1:1.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 400 г/ дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор 1:2.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, плотностью 1,05 г/см^3, ледяная, 1 М раствор.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (июль 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1986 г. (ИУС 10—86)*

© Издательство стандартов, 1981
©ИПК Издательство стандартов, 1999

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78 ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$), 1 М раствор.

Буферный раствор: смесь растворов уксусной кислоты и уксуснокислого натрия 1:15 (pH 5,7).

Хлороформ по ГОСТ 20015—88, перегнанный.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79, раствор 100 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 100 г/дм³; хранят в полиэтиленовом сосуде.

Калий цианистый, раствор 100 г/дм³.

Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71.

Свинца диэтилдитиокарбамат.

Раствор диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе готовят следующим образом: 0,2 г диэтилдитиокарбамата свинца растворяют в небольшом объеме хлороформа, а затем разбавляют хлороформом до 2000 см³.

При отсутствии диэтилдитиокарбамата свинца его готовят следующим образом: 0,2 г уксуснокислого свинца растворяют в воде. Затем прибавляют 10 см³ раствора виннокислого калия-натрия, затем раствор гидроокиси натрия до щелочной реакции и исчезновения мути и 10 см³ раствора цианистого калия. Растворы перемешивают после прибавления каждого реактива. Затем прибавляют 0,25 г диэтилдитиокарбамата натрия, растворенного в воде. Выпавший осадок экстрагируют 500 см³ хлороформа. Водную фазу выбрасывают, а хлороформный раствор встряхивают с водой. После расслоения фильтруют хлороформный слой через сухой фильтр в сухую мерную колбу вместимостью 2000 см³, доливают хлороформом до метки и перемешивают.

Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Бумага универсальная индикаторная.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166—76, безводный.

Медь металлическая по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 0,1000 г меди растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг меди.

Раствор Б: 25 см³ раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 5 см³ раствора азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг меди.

Примечание. При работе с цианистым калием необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 25086—87.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску никеля массой, установленной в зависимости от массовой доли меди, в соответствии с табл. 1, помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в растворе азотной кислоты.

Таблица 1*

Массовая доля меди, %	Масса навески никеля, г	Объем раствора азотной кислоты для растворения, см³	Объем мерной колбы, см³	Объем аликвотной части анализируемого раствора, см³
От 0,0005 до 0,006 включ.	5,0	50	100	25
Св. 0,006 » 0,06 »	1,5	20	100	10
» 0,06 » 0,2 »	1,0	15	250	10
» 0,2 » 1,1 »	1,0	15	500	5

* Таблица 2. **(Исключена, Изм. № 1).**

Удаляют окислы азота кипячением. Раствор переносят в мерную колбу в соответствии с табл. 1, доливают до метки водой и перемешивают.

2.3.1.1. При массовой доле меди до 0,006 % аликвотную часть раствора (в соответствии с табл. 1) выпаривают до 5—10 см³. Раствор охлаждают, разбавляют водой до 100 см³, прибавляют 5 см³ раствора винной кислоты, нейтрализуют аммиаком до появления синей окраски и по каплям прибавляют раствор азотной кислоты до слабокислой реакции (pH 5,5—6,0) по универсальной индикаторной бумаге, охлаждают. Доливают водой до 150 см³ и прибавляют 10 см³ буферного раствора, pH раствора должно быть от 5,7 до 6,3. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³. Затем прибавляют 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца и встряхивают 2 мин. После расслоения фаз хлороформный слой переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, к водной фазе приливают снова 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца и экстракцию повторяют. Органические фазы объединяют, доливают хлороформом до метки и перемешивают. Добавляют 0,2 г сернокислого натрия и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 435 нм.

Раствором сравнения служит хлороформ.

Массу меди находят по градуировочному графику.

2.3.1.2. При массовой доле меди свыше 0,006 % аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 1 помещают в стакан вместимостью 100 см³, разбавляют водой до 30 см³, прибавляют 5 см³ раствора винной кислоты, нейтрализуют аммиаком и прибавляют раствор азотной кислоты до слабокислой реакции. Доливают водой до 50—60 см³, прибавляют 10 см³ буферного раствора. pH раствора должен быть от 5,7 до 6,3, переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³ и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.1.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в восемь из девяти стаканов вместимостью по 100 см³ отбирают 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,002; 0,005; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,10 мг меди. Во все стаканы наливают воду до 30 см³, прибавляют 5 см³ раствора винной кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.2.

Раствором сравнения служит хлороформ.

Из оптических плотностей растворов вычитают значение оптической плотности раствора, не содержащего медь, и по полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массовым концентрациям меди строят градуировочный график.

2.3.1—2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

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

m_2 — масса меди в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески никеля, соответствующая аликвотной части раствора, г.

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

Таблица 3

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0005 до 0,0008	0,0002
Св. 0,0008 » 0,002	0,0003
» 0,002 » 0,003	0,0005
» 0,003 » 0,006	0,0007
» 0,006 » 0,012	0,002
» 0,012 » 0,024	0,003
» 0,024 » 0,06	0,006
» 0,06 » 0,1	0,008

Продолжение табл. 3

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
Св. 0,1 до 0,2	0,014
» 0,2 » 0,4	0,02
» 0,4 » 0,8	0,04
» 0,8 » 1,1	0,05

3. МЕТОД АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в азотной кислоте с последующим измерением атомной абсорбции меди в пламени ацетилен—воздух при длине волны 324,7 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями.

Источник излучения для меди.

Вода деионизированная или дистиллированная в кварцевом или стеклянном аппарате.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, раствор 1:1.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722—97 с массовой долей меди менее 0,001 %.

Раствор никеля: 25,0 г никеля растворяют в 200 см^3 раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Медь металлическая по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 0,1000 г меди растворяют в 20 см^3 раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают переносят в мерную колбу вместимосью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,1 мг меди.

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

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

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску никеля в соответствии с табл. 4 помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в растворе азотной кислоты. После удаления оксидов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 4

Массовая доля меди, %	Масса навески никеля, г	Объем кислоты для растворения, см^3	Объем мерной колбы, см^3	Объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3
Св. 0,006 до 0,07 включ.	10	80	200	20
» 0,07 » 0,7 »	1,0	15	100	10
» 0,7 » 1,1 »	0,5	10	100	10

Из анализируемого раствора отбирают аликвотную часть в соответствии с табл. 4 в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 2 см³ раствора азотной кислоты, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию меди в пламени ацетилен—воздух при длине волны 324,7 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта.

Концентрацию меди находят по градуировочному графику.

Для определения концентрации меди допускается использовать метод добавок.

3.3.2. *Построение градуировочного графика при массовой доле меди от 0,006 до 0,07 %*

В восемь из девяти мерных колб вместимостью по 100 см³ отбирают 2,0; 3,0; 5,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б и 2,0; 3,0; 5,0 и 7,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,02; 0,03; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,50 и 0,70 мг меди. Во все колбы наливают по 20 см³ раствора никеля, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию меди в пламени ацетилен—воздух при длине волны 324,7 нм до и после измерения абсорбции меди в анализируемом растворе пробы.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим концентрациям меди строят градуировочный график с введением поправки на абсорбцию раствора, не содержащего медь.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3.3. *Построение градуировочного графика при массовой доле меди свыше 0,07 %*

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ отбирают 7,0 см³ стандартного раствора Б и 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 7,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,07; 0,1; 0,2; 0,3; 0,5 и 0,7 мг меди. Во все колбы добавляют по 2 см³ раствора азотной кислоты, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию меди, как указано в п. 3.3.1.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C_1 — концентрация меди в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — концентрация меди в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем фотометрируемого раствора, см³;

m — масса навески никеля, соответствующая аликвотной части раствора, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

Редактор *М. И. Максимова*
Технический редактор *Л. А. Кузнецова*
Корректор *Е. Ю. Митрофанова*
Компьютерная верстка *Е. С. Моисеева*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 21.07.99. Подп. в печать 24.08.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65.
Тираж 132 экз. С 3554. Зак. 1845.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru