

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЦИНК

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

ГОСТ 19251.3—79

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ЦИНК

Метод определения меди

Zinc.
Method of copper determinationГОСТ
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 см³, чувствительность определения меди с купризоном — 10 мкг в объеме 50 см³.

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/дм³.

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/дм³.

Раствор диэтилдитиокарбамата свинца: 0,2 г уксуснокислого свинца растворяют в 20 см³ воды, прибавляют 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и оставляют на 30 мин. Переносят раствор в делительную воронку вместимостью 250—300 см³, прибавляют 10 см³ хлороформа (четырёххлористого углерода) и встряхивают содержимое воронки в течение 1 мин. Окрашенный экстракт отбрасывают. В воронку прибавляют 1 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 10 см³ хлороформа (четырёххлористого 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 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и образовавшийся

осадок диэтилдитиокарбамата свинца растворяют в хлороформе (четырёххлористом углероде), добавляя последний порциями по 150 см³. После отсаивания экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки хлороформом (четырёххлористым 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, четырёххлористый углерод по ГОСТ 20288).

Купризон, 0,5 %-ный раствор: 0,5 г реактива растворяют в 20 см³ горячего этилового спирта, разбавленного 1:1, охлаждают, доливают до объема 100 см³ 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 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до удаления оксидов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг меди.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг меди.

Раствор В: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ 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 см³ растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты. Приливают 50 см³ воды, кипятят до удаления оксидов азота и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Аликвотную часть раствора (табл. 1) помещают в делительную воронку вместимостью 100 см³, разбавляют до 50 см³ водой (метка на делительной воронке). Прибавляют из бюретки 25 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца и встряхивают 1 мин. Отстоявшийся экстракт сливают в сухую колбу вместимостью 50 см³, 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 (четырёххлористый углерод).

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.3.2. Для построения градуировочных графиков в шесть делительных воронок наливают по 50 см³ воды, добавляют 2—3 капли азотной кислоты, предварительно прокипяченной, отмеряют 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0, 2, 4, 8, 12 и 16 мкг меди (серия I).

В восемь делительных воронок наливают по 50 см³ 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 см³ 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 см³ диэтилдитиокарбамата свинца и взбалтывают 1 мин. Отстоявшийся экстракт сливают в сухую колбу вместимостью 50 см³, 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).