

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

АЛЮМИНИЙ

ГОСТ  
12697.8—77

Методы определения меди

Aluminium.  
Methods for determination of copper

Взамен  
ГОСТ 12704—67  
в части разд. 2, 3

МКС 77.120.10  
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.09.77 № 2315 дата введения установлена

01.01.79

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

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и полярографический методы определения меди в алюминии.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 12697.1—77 и ГОСТ 25086—87.  
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ  
(при массовой доле меди от 0,0002 до 0,08 %)

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании диэтилдитиоfosфата меди, который экстрагируют четыреххлористым углеродом. Окрашенный раствор диэтилдитиоfosфата меди фотометрируют при  $\lambda = 420$  нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-16, СФ-26 или аналогичного типа.

Автотрансформатор лабораторный (ЛАТР) типа ЛАТР-1М или селеновый выпрямитель, приемные электроды Фишера.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88\* 2-го класса точности с погрешностью взвешивания 0,0002 г.

Вода дистиллированная, не содержащая тяжелых металлов. Воду очищают от следов тяжелых металлов пропусканием через слой сильно кислотного катионита (КУ-1, КУ-2) со скоростью 50 см<sup>3</sup>/мин; 40—50 г катионита, отсеянного от пыли, помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 80—100 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и нагревают в течение 30 мин. Кислоту сливают и катионит многократно промывают водой при перемешивании декантацией до нейтральной реакции по метиловому оранжевому.

Катионит переносят в колонку с притертым краном, на дно которой уложен пыж из стеклянной ваты. Колонку с катионитом заполняют дистиллированной водой. Слой катионита должен быть всегда

\* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1985 г., мае 1988 г.  
(ИУС 2—86, 8—88).

## С. 2 ГОСТ 12697.8—77

покрыт водой. Поглотительные свойства катионита после его насыщения восстанавливают соляной кислотой и водой.

Все реагенты готовят на очищенной таким способом воде.

Диэтилдитиофосфат никеля, раствор с массовой долей 0,04 %.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1 : 1, растворы 4 моль/дм<sup>3</sup> и 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

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

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 3 %.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Медь электролитическая.

Растворы меди стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г меди растворяют в 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты. После растворения добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выпаривают до небольшого объема. Выпаривание с такими же порциями соляной кислоты повторяют еще два раза.

К остатку добавляют 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг меди (Cu).

Раствор Б; готовят перед употреблением следующим образом: отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,002 мг меди (Cu).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. П р о в е д е н и е а н а л и з а

2.3.1. Навеску алюминия массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и накрывают стакан часовым стеклом. По окончании бурной реакции обмывают стекло и стенки стакана горячей водой и нагревают до растворения навески. Затем приливают 1 см<sup>3</sup> раствора пероксида водорода и выпаривают раствор до получения влажного остатка солей.

После этого приливают 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, 20—30 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Отбирают пипеткой 5—50 см<sup>3</sup> раствора в зависимости от предполагаемой массовой доли меди в делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Разбавляют раствор 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствором соляной кислоты до 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 3 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиофосфата никеля и приливают из бюретки 5 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода. Содержимое воронки энергично встряхивают в течение 1 мин, после разделения фаз сливают окрашенный слой четыреххлористого углерода в сухой цилиндр с притертой пробкой вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

В делительную воронку приливают еще 5 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и повторяют экстрагирование. Экстракт сливают в тот же цилиндр. Тщательно отделяют органическую fazу от водной, не допуская попадания водной фазы в цилиндр. Для удаления остатков влаги при наполнении кювет раствор пропускают через сухой беззольный фильтр.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волн 420 нм.

Раствором сравнения служит раствор четыреххлористого углерода.

Одновременно проводят контрольный опыт. Для этого 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, выпаривают до объема 0,5 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, 30 см<sup>3</sup> воды, и нагревают. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой и далее анализ проводят, как указано выше.

Массу меди определяют по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

2.3.2. Пробу алюминия высокой чистоты, изготовленную в виде двух стержней, очищают кипячением в соляной кислоте, разбавленной 1 : 1, в течение 10 мин.

Затем промывают стержни водой, высушивают при температуре 105—110 °С и после охлаждения взвешивают.

В кварцевый стакан вместимостью 100—200 см<sup>3</sup> наливают 30 см<sup>3</sup> 4 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты особой чистоты. Стержни закрепляют в держатели из алюминия высокой чистоты или титана, которые присоединяют к клеммам ЛАТРа. Затем стержни погружают в стакан с кислотой, включают

ЛАТР в сеть и растворяют пробу в интервале напряжения 10—20 В в течение 15 мин. В течение этого времени растворяется около 1 г алюминия. Затем отключают ЛАТР, отсоединяют стержни, промывают их водой, высушивают и взвешивают. По разности масс определяют количество растворившегося алюминия. Раствор выпаривают до получения влажного остатка солей, приливают 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, 30 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до растворения солей. Допускается разложение пробы проводить с помощью селенового выпрямителя, применяя электроды Фишера.

После охлаждения раствор переводят в делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup>, разбавляют до 100 см<sup>3</sup> водой, прибавляют 3 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиофосфата никеля и поступают, как указано в п. 2.3.1. Одновременно проводят контрольный опыт. Для этого 30 см<sup>3</sup> 4 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты выпаривают до объема 0,5 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и далее проводят анализ как указано выше.

### 2.3.3. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью 200 см<sup>3</sup> приливают из микробюретки 0; 1; 2; 4; 6; 8 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,002, 0,004; 0,008; 0,012; 0,016 мг меди.

В каждую делительную воронку приливают по 100 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 3 см<sup>3</sup> диэтилдитиофосфата никеля, 5 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и далее проводят анализ, как указано в п. 2.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который медь не добавлялась.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и известным массам меди строят градуировочный график.

#### 2.3.1—2.3.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

#### 2.4. Обработка результатов

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

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

где  $m$  — масса меди, найденная по градуировочному графику, мг;

$V$  — общий объем раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса навески алюминия, г.

2.4.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Допускаемое расхождение, %	
	сходимости, отн.	воспроизводимости, отн.
От 0,0002 до 0,003 включ.	30	45
Св. 0,003 » 0,01 »	20	30
» 0,01 » 0,03 »	15	25
» 0,03 » 0,08 »	10	15

### (Измененная редакция, Изм. № 2).

## 3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ (при массовой доле меди от 0,001 до 0,08 %)

### 3.1. Сущность метода

Метод основан на полярографировании меди из соответствующим образом подготовленного раствора в интервале напряжения от минус 0,05 до минус 0,4 В.

### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного тока типа ПУ-1 или аналогичного типа.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с погрешностью взвешивания 0,0002 г.