

ГОСТ 20996.8—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

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**СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ****Метод определения меди**

Selenium. Method of copper determination

**ГОСТ
20996.8—82***Взамен
ГОСТ 10431—63
в части разд. IV

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. № 2481 дата введения устанавливается

01.07.83

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения меди (при массовой доле меди 0,001—0,06 %).

Метод основан на реакции образования окрашенного комплексного соединения ионов меди с диэтилдитиокарбаматом свинца и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 420—440 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20996.0—82.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 — 77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 3:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор 100 г/дм³ в растворе соляной кислоты (3:1).

Хлороформ по ГОСТ 20015—88.

Медь по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: навеску меди массой 0,1 г растворяют в 5—8 см³ азотной кислоты, выпаривают раствор до небольшого объема, добавляют 20—25 см³ раствора серной кислоты (1:1), выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. Охлаждают, приливают 40—50 см³ воды и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.1 см³ раствора А содержит 0,1 мг меди.Раствор Б: аликвотную часть 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг меди.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

*Издание (май 2000 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 3—88)

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 2000

Диэтилдитиокарбамат свинца (II), раствор 0,5 г/дм³ в хлороформе: 0,5 г соли помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 200—300 см³ хлороформа и перемешивают до растворения навески. Разбавляют хлороформом до метки и снова перемешивают. Раствор хранят в темном месте в склянке из темного стекла.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску селена массой 0,2—1 г (в зависимости от массовой доли меди) помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, прибавляют 15—20 см³ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом (стеклянной пластинкой) и выдерживают без нагревания до прекращения бурной реакции выделения окислов азота. Затем нагревают и выпаривают досуха. Выдерживают сухой остаток на плите 8—10 мин. Операцию повторяют два раза, прибавляя каждый раз по 5—7 см³ азотной кислоты и выпаривая остаток.

К сухому остатку прибавляют 5—7 см³ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, добавляют 30—40 см³ воды, кипятят, охлаждают и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 20—50 см³ и переносят ее в делительную воронку вместимостью 150—200 см³, нейтрализуют аммиаком до появления легкой мути гидроокиси железа, которую растворяют в 3—4 каплях раствора соляной кислоты (1:1), устанавливают рН 3—4 при помощи универсальной индикаторной бумаги. Если в анализируемом растворе мало железа, к аликвотной части добавляют 0,5 см³ раствора хлорного железа и проводят указанную выше операцию.

К нейтрализованному в делительной воронке раствору приливают 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца и энергично встряхивают 2 мин. После расслоения жидкостей слой хлороформа сливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, а к водному раствору в делительной воронке приливают 10 см³ диэтилдитиокарбамата свинца и экстракцию повторяют.

Если хлороформный слой имеет желтую окраску, экстракцию повторяют с 5 см³ реактива. Все экстракты собирают в мерной колбе вместимостью 50 см³, доливают хлороформ до метки и перемешивают.

Величину оптической плотности измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 420 нм и кювету толщиной поглощающего слоя 20 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу меди находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Построение градуировочного графика

В семь делительных воронок вместимостью по 150—200 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 мг меди. Добавляют по 0,5 см³ раствора хлорного железа, воды до 50—60 см³ и далее проводят анализ, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий медь.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — количество меди, найденное по градуировочному графику, мг;

V — объем мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески селена, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

С. 3 ГОСТ 20996.8—82

Массовая доля меди, %	Абсолютное допустимое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений	полученных в лабораториях разных предприятий
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0003	0,0005
Св. 0,0030 » 0,0060 »	0,0007	0,0010
» 0,006 » 0,010 »	0,001	0,002
» 0,010 » 0,030 »	0,002	0,004
» 0,030 » 0,060 »	0,003	0,005

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *М.И. Максимова*
 Технической редактор *В.Н. Прусакова*
 Корректор *В.С. Черная*
 Компьютерная верстка *Е.Н. Мартыановой*

Изд. лпш. № 021007 от 10.08.95. Слано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 25.07.2000. Усл. печ. л. 0,47.
 Уч.-изд. л. 0,30. Тираж 104 экз. С 5582. Зак. 665.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
 Набрано в Издательстве на ПЭВМ
 Филнал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
 Пгр № 080102