МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАДМИЙ

Методы определения меди

ГОСТ 12072.4—79

Cadmium.
Methods of copper determination

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.12.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения меди (при массовой доле меди от 0,001 % до 0,2 %) и атомно-абсорбционный метод (при массовой доле меди от 0,002 % до 0,2 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 918—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 12072.0.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на фотометрическом определении содержания меди с диэтилдитиокарбаматом свинца в области длин волн 430—455 нм или с купризоном при длине волны 600 нм.
(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний лимоннокислый по ТУ 6—09—01—768.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300, разбавленный 1:1.

Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864, раствор 10 г/дм^3.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027.

Диэтилдитиокарбамат свинца в хлороформе или четыреххлористом углероде: 0,2 г уксуснокислого свинца растворяют в 20 см^3 воды, прибавляют 2 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия. Через 30 мин раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250—300 см^3, прибавляют 10 см^3 хлороформа или четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 1 мин. Окрашенный экстракт отбрасывают. В воронку прибавляют 1 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 10 см^3 хлороформа или четыреххлористого углерода и снова встряхивают в течение 1 мин. Если экстракт окрашивается в желтый цвет, очистку от меди повторяют до получения бесцветного экстракта.

К водному раствору в воронке прибавляют 20 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия и образовавшийся осадок диэтилдитиокарбамата свинца растворяют, встряхивая в делительной воронке с порциями хлороформа или четыреххлористого углерода по 100 см^3. После отстаивания органический слой сливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют до метки хлороформом или четыреххлористым углеродом и перемешивают. Раствор переливают для длительного хранения в склянку из темного стекла с притертой пробкой.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

Хлороформ или четыреххлористый углерод по ГОСТ 20288.

Вода дистиллированная, очищенная от следов меди: 500 см^3 воды встряхивают в делительной воронке 1 мин с 10 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе или четыреххлористом углероде. Отстоявшийся органический слой отбрасывают. Очистку повторяют до получения бесцветного органического экстракта.

Купризон по ТУ 6—09—14—1380, раствор 5 г/дм^3, навеску реактива массой 0,5 г растворяют в 20 см^3 горячего этилового спирта, разбавленного 1:1, доливают до 100 см^3 горячим этиловым спиртом, разбавленным 1:1, перемешивают и охлаждают.

Медь по ГОСТ 859.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: навеску меди массой 0,100 г растворяют в конической колбе вместимостью 100 см^3 в 10 см^3 раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают досуха. Приливают 5 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают почти досуха. Остаток растворяют в 20 см^3 воды, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Раствор Б: отмеривают 25 см^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Индикаторная бумага универсальная по ТУ 6—09—1181.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.3. Проведение анализа с диэтилдитиокарбаматом свинца

2.3.1. Навеску кадмия массой 1,000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают досуха. Добавляют 5 см^3 соляной кислоты и выпаривают раствор почти досуха. К остатку приливают 20 см^3 соляной кислоты, перемешивают и охлаждают. Для анализа берут весь раствор или часть его после разбавления в мерной колбе вместимостью 100 см^3, в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Вместимость мерной колбы, см^3	Аликвотная часть раствора, взятая для анализа, см^3	Масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г	Количество добавляемой в делительную воронку соляной кислоты, см3
От 0,001 до 0,02	—	Весь раствор	1,000	—
Св. 0,02 » 0,1	100	20	0,200	16
» 0,1 » 0,2	100	10	0,100	18

Часть раствора или весь раствор помещают в делительную воронку вместимостью 100 см^3, добавляют соответствующее количество соляной кислоты, доливают водой до объема 50 см^3, приливают из бюретки 25 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата свинца и проводят экстракцию меди в течение 2 мин. Органический экстракт сливают в сухую колбу вместимостью 100 см^3, выдерживают 10 мин, измеряют оптическую плотность окрашенного раствора в подходящей кювете в области длин волн 430—455 нм. В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

Содержание меди устанавливают по градуировочному графику.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в девять из десяти делительных воронок вместимостью 100 см^3 отмеривают соответственно 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0; 17,5 и 20,0 см^3 раствора Б (что соответствует 10, 25, 50, 75, 100, 125, 150, 175 и 200 мкг меди), приливают в каждую воронку по 20 см^3 соляной кислоты, доливают до объема 50 см^3 водой, перемешивают, приливают из бюретки 25 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата свинца и проводят экстракцию меди, как указано в п. 2.3.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям меди строят градуировочный график.

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

2.4. Проведение анализа с купризоном

2.4.1. Навеску пробы кадмия массой 1,00 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют при нагревании в 20 см^3 раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, и

выпаривают досуха. К остатку приливают 20 см^3 воды, перемешивают и охлаждают. Для анализа берут весь раствор или часть его после разбавления в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Объем раствора анализируемой пробы, см^3	Объем раствора, отобранный для анализа, см^3
От 0,001 до 0,01	—	Весь раствор
Св. 0,01 » 0,06	100	25
» 0,06 » 0,1	100	10
» 0,1 » 0,2	100	5

Часть раствора или весь раствор помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, осторожно добавляют аммиак до появления осадка гидроксида кадмия, который затем растворяют путем добавления 1—2 капель соляной кислоты. Приливают 5 см^3 раствора лимоннокислого аммония и аммиак до pH 9 (по универсальной индикаторной бумаге), охлаждают и добавляют 5 см^3 раствора купризона. Спустя 10 мин доливают водой до метки, перемешивают и через 60 мин измеряют светопоглощение при длине волны 600 нм, применяя соответствующую кювету. В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

Содержание меди устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.4.2. Для построения градуировочного графика в семь из восьми мерных колб вместимостью 50 см^3 отмеривают соответственно 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 см^3 стандартного раствора Б (что соответствует 10; 20; 40; 60; 80; 100; 120 мкг меди), в каждую из колб приливают по 5 см^3 раствора лимоннокислого аммония и далее поступают, как указано в п. 2.4.1. По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим их содержаниям меди строят градуировочный график.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения аналитической линии меди при длине волны 324,7 нм с введением раствора анализируемых проб и градуировочных растворов в воздушно-ацетиленовое пламя. Навеску кадмия предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любой марки и с источником излучения для меди.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5 — 6 \cdot 10^5$ Па (2—6 атм).

Ацетилен в баллоне.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1 и раствор 2 моль/дм^3.

Медь марки МО по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди: навеску меди массой 0,100 г помещают в коническую колбу вместимостью 100—250 см^3, приливают 10 см^3 азотной кислоты, нагревают до растворения и удаления оксидов азота, раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,1 мг меди.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску кадмия массой 1,000—2,500 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения металла и удаления оксидов азота. Приливают 20—25 см^3 воды, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор анализируемой пробы и градуировочные растворы вводят в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют поглощение аналитической линии меди 324,7 нм по ГОСТ 12072.0.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.3.2. Для построения градуировочного графика в одиннадцать из двенадцати мерных колб вместимостью 100 см^3 отмеривают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,5; 15,0; 17,5 и 20,0 см^3 стандартного раствора (что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,5; 15,0; 17,5 и 20,0 мг/дм^3

меди), в каждую из колб приливают по 10 см^3 раствора азотной кислоты 2 моль/дм^3, доливают до метки водой и перемешивают. Готовят только необходимые градуировочные растворы.

При определении из одного раствора таллия, свинца, железа, цинка и никеля в каждую из указанных выше колб следует добавить такие количества стандартных растворов этих элементов, которые бы соответствовали их концентрациям в градуировочных растворах соответствующих стандартов. При этом следует учесть соответствие используемой навески и основы градуировочных растворов при определении содержания цинка, железа и свинца.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю меди (X), %, при фотометрическом определении вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

где m — масса навески, соответствующая отобранной аликвотной части, г;

m_1 — количество меди, найденное в растворе анализируемой пробы по градуировочному графику, мкг.

4.2. Массовую долю меди (X), %, при атомно-абсорбционном определении вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m \cdot 10000},$$

где C_1 — массовая концентрация меди в анализируемом растворе, мг/дм^3;

C_2 — массовая концентрация меди в растворе контрольного опыта, мг/дм^3;

V — объем мерной колбы, см^3;

m — масса навески, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля меди, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0003	0,0004
Св. 0,0020 » 0,0050 »	0,0005	0,0006
» 0,0050 » 0,0100 »	0,0010	0,0013
» 0,010 » 0,040 »	0,002	0,003
» 0,040 » 0,100 »	0,003	0,004
» 0,10 » 0,20 »	0,01	0,02

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.08.79 № 3230**

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 918—78**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 12072.4—79**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 859—2001	2.2, 3.2	ГОСТ 12072.0—79	1.1, 3.3.1
ГОСТ 1027—67	2.2	ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 20288—74	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2	ТУ 6—09—1181—76	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2	ТУ 6—09—14—1380—77	2.2
ГОСТ 8864—71	2.2	ТУ 6—09—01—768—89	2.2
ГОСТ 11125—84	3.2		

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

7. **ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1981 г., августе 1984 г., июле 1990 г. (ИУС 5—81, 12—84, 11—90)**

ВВ12072.4-79