

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****ГОСТ  
20996.8—82\*****Метод определения меди**

Selenium. Method of copper determination

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

ОКСТУ 1709

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

**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/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> азотной кислоты, выпаривают раствор до небольшого объема, добавляют 20—25 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1), выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. Охлаждают, приливают 40—50 см<sup>3</sup> воды и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Раствор Б: аликвотную часть 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> в хлороформе: 0,5 г соли помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют 200—300 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, прибавляют 15—20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривая остаток.

К сухому остатку прибавляют 5—7 см<sup>3</sup> соляной кислоты, нагревают до растворения солей, добавляют 30—40 см<sup>3</sup> воды, кипятят, охлаждают и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 20—50 см<sup>3</sup> и переносят ее в делительную воронку вместимостью 150—200 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа и проводят указанную выше операцию.

К нейтрализованному в делительной воронке раствору приливают 10 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата свинца и энергично встряхивают 2 мин. После расслоения жидкостей слой хлороформа сливают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, а к водному раствору в делительной воронке приливают 10 см<sup>3</sup> диэтилдитиокарбамата свинца и экстракцию повторяют.

Если хлороформный слой имеет желтую окраску, экстракцию повторяют с 5 см<sup>3</sup> реактива. Все экстракты собирают в мерной колбе вместимостью 50 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 мг меди. Добавляют по 0,5 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, воды до 50—60 см<sup>3</sup> 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

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

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

$V$  — объем мерной колбы, см<sup>3</sup>;

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

$m$  — масса навески селена, г.

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

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*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *В.С. Черная*  
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартымяновой*

Изд. лиц. № 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  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.  
Плр № 080102