

ГОСТ 13047.7—81

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# НИКЕЛЬ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

## НИКЕЛЬ

## Методы определения меди

Nickel. Methods for the determination  
of copperГОСТ  
13047.7—81\*Взамен  
ГОСТ 13047.7—67

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 декабря 1981 г. № 5514 срок введения установлен

с 01.01.82

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

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения меди при массовой доле ее в никеле от 0,0005 до 1,1 % и атомно-абсорбционный метод при массовой доле ее в никеле от 0,006 до 1,1 %.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2251—80.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13047.1—81. Контроль точности результатов анализа осуществляют по ГСО или методом добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 2. МЕТОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ

## 2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в азотной кислоте, экстракции меди раствором диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе при рН от 5,7 до 6,3 и измерении оптической плотности раствора при длине волны 435 нм.

## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

рН-метр.

Вода деионизированная или дистиллированная в кварцевом или стеклянном аппарате.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, раствор 1:1.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 400 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор 1:2.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, плотностью 1,05 г/см<sup>3</sup>, ледяная, 1 М раствор.

Издание официальное

★

Перепечатка воспрещена

\* Переиздание (июль 1999 г.) с Изменением № 1,  
утвержденным в июле 1986 г.  
(ИУС 10—86)

© Издательство стандартов, 1981  
©ИПК Издательство стандартов, 1999

## С. 2 ГОСТ 13047.7—81

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78 ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), 1 М раствор.

Буферный раствор: смесь растворов уксусной кислоты и уксуснокислого натрия 1:15 (рН 5,7).

Хлороформ по ГОСТ 20015—88, перегнанный.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>; хранят в полиэтиленовом сосуде.

Калий цианистый, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71.

Свинца диэтилдитиокарбамат.

Раствор диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе готовят следующим образом: 0,2 г диэтилдитиокарбамата свинца растворяют в небольшом объеме хлороформа, а затем разбавляют хлороформом до 2000 см<sup>3</sup>.

При отсутствии диэтилдитиокарбамата свинца его готовят следующим образом: 0,2 г уксуснокислого свинца растворяют в воде. Затем прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора виннокислого калия-натрия, затем раствор гидроокиси натрия до щелочной реакции и исчезновения мути и 10 см<sup>3</sup> раствора цианистого калия. Растворы перемешивают после прибавления каждого реактива. Затем прибавляют 0,25 г диэтилдитиокарбамата натрия, растворенного в воде. Выпавший осадок экстрагируют 500 см<sup>3</sup> хлороформа. Водную фазу выбрасывают, а хлороформный раствор встряхивают с водой. После расслоения фильтруют хлороформный слой через сухой фильтр в сухую мерную колбу вместимостью 2000 см<sup>3</sup>, доливают хлороформом до метки и перемешивают.

Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Бумага универсальная индикаторная.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166—76, безводный.

Медь металлическая по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 0,1000 г меди растворяют в 20 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят 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.

Раствор Б: 25 см<sup>3</sup> раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг меди.

П р и м е ч а н и е. При работе с цианистым калием необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 25086—87.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 2.3. Пр о в е д е н и е а н а л и з а

2.3.1. Навеску никеля массой, установленной в зависимости от массовой доли меди, в соответствии с табл. 1, помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют в растворе азотной кислоты.

Т а б л и ц а 1\*

Массовая доля меди, %	Масса навески никеля, г	Объем раствора азотной кислоты для растворения, см <sup>3</sup>	Объем мерной колбы, см <sup>3</sup>	Объем аликвотной части анализируемого раствора, см <sup>3</sup>
От 0,0005 до 0,006 включ.	5,0	50	100	25
Св. 0,006 » 0,06 »	1,5	20	100	10
» 0,06 » 0,2 »	1,0	15	250	10
» 0,2 » 1,1 »	1,0	15	500	5

\* Таблица 2. (Исключена, Изм. № 1).

Удаляют окислы азота кипячением. Раствор переносят в мерную колбу в соответствии с табл. 1, доливают до метки водой и перемешивают.

2.3.1.1. При массовой доле меди до 0,006 % аликвотную часть раствора (в соответствии с табл. 1) выпаривают до 5—10 см<sup>3</sup>. Раствор охлаждают, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, нейтрализуют аммиаком до появления синей окраски и по каплям прибавляют раствор азотной кислоты до слабокислой реакции (рН 5,5—6,0) по универсальной индикаторной бумаге, охлаждают. Доливают водой до 150 см<sup>3</sup> и прибавляют 10 см<sup>3</sup> буферного раствора, рН раствора должно быть от 5,7 до 6,3. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Затем прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата свинца и встряхивают 2 мин. После расслоения фаз хлороформный слой переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, к водной фазе приливают снова 10 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата свинца и экстракцию повторяют. Органические фазы объединяют, доливают хлороформом до метки и перемешивают. Добавляют 0,2 г сернокислого натрия и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 435 нм.

Раствором сравнения служит хлороформ.

Массу меди находят по градуировочному графику.

2.3.1.2. При массовой доле меди свыше 0,006 % аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 1 помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 30 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, нейтрализуют аммиаком и прибавляют раствор азотной кислоты до слабокислой реакции. Доливают водой до 50—60 см<sup>3</sup>, прибавляют 10 см<sup>3</sup> буферного раствора. рН раствора должен быть от 5,7 до 6,3, переносят в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup> и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.1.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в восемь из девяти стаканов вместимостью по 100 см<sup>3</sup> отбирают 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,002; 0,005; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,10 мг меди. Во все стаканы наливают воду до 30 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.2.

Раствором сравнения служит хлороформ.

Из оптических плотностей растворов вычитают значение оптической плотности раствора, не содержащего медь, и по полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массовым концентрациям меди строят градуировочный график.

2.3.1—2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. О б р а б о т к а р е з у л ь т а т о в

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

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

где  $m_1$  — масса меди в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г;

$m_2$  — масса меди в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески никеля, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Т а б л и ц а 3

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0005 до 0,0008	0,0002
Св. 0,0008 » 0,002	0,0003
» 0,002 » 0,003	0,0005
» 0,003 » 0,006	0,0007
» 0,006 » 0,012	0,002
» 0,012 » 0,024	0,003
» 0,024 » 0,06	0,006
» 0,06 » 0,1	0,008

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
Св. 0,1 до 0,2	0,014
» 0,2 » 0,4	0,02
» 0,4 » 0,8	0,04
» 0,8 » 1,1	0,05

### 3. МЕТОД АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в азотной кислоте с последующим измерением атомной абсорбции меди в пламени ацетилен—воздух при длине волны 324,7 нм.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями.

Источник излучения для меди.

Вода деионизированная или дистиллированная в кварцевом или стеклянном аппарате.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, раствор 1:1.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722—97 с массовой долей меди менее 0,001 %.

Раствор никеля: 25,0 г никеля растворяют в 200 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Медь металлическая по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 0,1000 г меди растворяют в 20 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

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

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

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,01 мг меди.

#### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску никеля в соответствии с табл. 4 помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> и растворяют в растворе азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 4

Массовая доля меди, %	Масса навески никеля, г	Объем кислоты для растворения, см <sup>3</sup>	Объем мерной колбы, см <sup>3</sup>	Объем аликвотной части анализируемого раствора, см <sup>3</sup>
Св. 0,006 до 0,07 включ.	10	80	200	20
» 0,07 » 0,7 »	1,0	15	100	10
» 0,7 » 1,1 »	0,5	10	100	10

Из анализируемого раствора отбирают аликвотную часть в соответствии с табл. 4 в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию меди в пламени ацетилен—воздух при длине волны 324,7 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта.

Концентрацию меди находят по градуировочному графику.

Для определения концентрации меди допускается использовать метод добавок.

### 3.3.2. Построение градуировочного графика при массовой доле меди от 0,006 до 0,07 %

В восемь из девяти мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> отбирают 2,0; 3,0; 5,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б и 2,0; 3,0; 5,0 и 7,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А, что соответствует 0,02; 0,03; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,50 и 0,70 мг меди. Во все колбы наливают по 20 см<sup>3</sup> раствора никеля, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию меди в пламени ацетилен—воздух при длине волны 324,7 нм до и после измерения абсорбции меди в анализируемом растворе пробы.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим концентрациям меди строят градуировочный график с введением поправки на абсорбцию раствора, не содержащего медь.

### 3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3.3.3. Построение градуировочного графика при массовой доле меди свыше 0,07 %

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> отбирают 7,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б и 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 7,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А, что соответствует 0,07; 0,1; 0,2; 0,3; 0,5 и 0,7 мг меди. Во все колбы добавляют по 2 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию меди, как указано в п. 3.3.1.

## 3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где  $C_1$  — концентрация меди в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$C_2$  — концентрация меди в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

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

$m$  — масса навески никеля, соответствующая аликвотной части раствора, г.

### (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Редактор *М. И. Максимова*  
Технический редактор *Л. А. Кузнецова*  
Корректор *Е. Ю. Митрофанова*  
Компьютерная верстка *Е. С. Моисеева*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 21.07.99. Подп. в печать 24.08.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65.  
Тираж 132 экз. С 3554. Зак. 1845.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.  
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.  
ПЛР № 040138