

## КАДМИЙ

Методы определения меди

Cadmium.

Methods of copper determination

ГОСТ

12072.4—79

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<sup>3</sup>.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027.

Диэтилдитиокарбамат свинца в хлороформе или четыреххлористом углероде: 0,2 г уксуснокислого свинца растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата натрия. Через 30 мин раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, прибавляют 10 см<sup>3</sup> хлороформа или четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 1 мин. Окрашенный экстракт отбрасывают. В воронку прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата натрия и образовавшийся осадок диэтилдитиокарбамата свинца растворяют, встряхивая в делительной воронке с порциями хлороформа или четыреххлористого углерода по 100 см<sup>3</sup>. После отстаивания органический слой сливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, разбавляют до метки хлороформом или четыреххлористым углеродом и перемешивают. Раствор переливают для длительного хранения в склянку из темного стекла с притертой пробкой.

Хлороформ или четыреххлористый углерод по ГОСТ 20288.

Вода дистиллированная, очищенная от следов меди: 500 см<sup>3</sup> воды встряхивают в делительной воронке 1 мин с 10 см<sup>3</sup> раствора дизтилдитиокарбамата 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<sup>3</sup>, навеску реактива массой 0,5 г растворяют в 20 см<sup>3</sup> горячего этилового спирта, разбавленного 1:1, доливают до 100 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> в 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают досуха. Приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова выпаривают почти досуха. Остаток растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

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

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

1 см<sup>3</sup> 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 дистилдитиокарбаматом свинца

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

Таблица 1

| Массовая доля меди, % | Вместимость мерной колбы, см <sup>3</sup> | Аликвотная часть раствора, взятая для анализа, см <sup>3</sup> | Масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г | Количество добавляемой в делительную воронку соляной кислоты, см <sup>3</sup> |
|-----------------------|---|--|---|---|
| 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<sup>3</sup>, добавляют соответствующее количество соляной кислоты, доливают водой до объема 50 см<sup>3</sup>, приливают из бюретки 25 см<sup>3</sup> раствора дистилдитиокарбамата свинца и проводят экстракцию меди в течение 2 мин. Органический экстракт сливают в сухую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> отмеривают соответственно 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0; 17,5 и 20,0 см<sup>3</sup> раствора Б (что соответствует 10, 25, 50, 75, 100, 125, 150, 175 и 200 мкг меди), приливают в каждую воронку по 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доливают до объема 50 см<sup>3</sup> водой, перемешивают, приливают из бюретки 25 см<sup>3</sup> раствора дистилдитиокарбамата 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<sup>3</sup>, растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, и

### С. 3 ГОСТ 12072.4—79

выпаривают досуха. К остатку приливают 20 см<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup> | Объем раствора, отобранный для анализа, см <sup>3</sup> |
|-----------------------|---|---|
| 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<sup>3</sup>, осторожно добавляют аммиак до появления осадка гидроксида кадмия, который затем растворяют путем добавления 1—2 капель соляной кислоты. Приливают 5 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого аммония и аммиак до pH 9 (по универсальной индикаторной бумаге), охлаждают и добавляют 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> отмеривают соответственно 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б (что соответствует 10; 20; 40; 60; 80; 100; 120 мкг меди), в каждую из колб приливают по 5 см<sup>3</sup> 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 2·10<sup>5</sup> — 6·10<sup>5</sup> Па (2—6 атм).

Ацетилен в баллоне.

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

Медь марки МО по ГОСТ 859.

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

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, приливают 15—20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения металла и удаления оксидов азота. Приливают 20—25 см<sup>3</sup> воды, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>

меди), в каждую из колб приливают по 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup>, 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 отобранный 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<sup>3</sup>;

$C_2$  — массовая концентрация меди в растворе контрольного опыта, мг/дм<sup>3</sup>;

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

$m$  — 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 ИТД,<br>на который дана ссылка | Номер пункта | Обозначение ИТД,<br>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)**