

ГОСТ 27981.6-88

Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МЕДЬ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

COPPER OF HIGH PURITY. METHODS OF POLAROGRAPHIC ANALYSIS

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.1990
до 01.01.2000*

* Ограничение срока действия снято
по протоколу N 7-95 Межгосударственного Совета
по стандартизации, метрологии и сертификации
(ИУС N 11, 1995 год). - Примечание изготовителя базы данных.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ:

Б.М.Рогов, Э.Н.Гадзалов, И.И.Лебедь, В.П.Красноносков, Л.Н.Васильева, Н.И.Молостова, В.И.Зюзин,
З.П.Дутова, А.К.Опескина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от
22.12.88 N 4443

3. Срок первой проверки - 1994 г.

Периодичность проверки - 5 лет

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 200-76	3.1
ГОСТ 1089-82	3.1
ГОСТ 1467-77	2.1
ГОСТ 1625-75	2.1

ГОСТ 1770-74	2.1, 3.1, 4.1.1, 4.2.1
ГОСТ 3118-77	2.1, 3.1, 4.1.1, 4.2.1
ГОСТ 3760-79	3.1, 4.1.1, 4.2.1
ГОСТ 3773-72	2.1, 3.1
ГОСТ 4204-77	3.1, 4.1.1, 4.2.1
ГОСТ 4232-74	4.1.1
ГОСТ 4461-77	2.1, 3.1, 4.1.1, 4.2.1
ГОСТ 5841-74	3.1
ГОСТ 6552-80	4.2.1
ГОСТ 9147-80	3.1
ГОСТ 9293-74	2.1, 3.1, 4.1.1, 4.2.1
ГОСТ 9485-74	4.1.1, 4.2.1
ГОСТ 10157-79	4.1.1, 4.2.1
ГОСТ 20292-74	2.1, 3.1, 4.1.1, 4.2.1
ГОСТ 22159-76	3.1
ГОСТ 25336-82	2.1, 3.1, 4.1.1, 4.2.1
ГОСТ 27981.0-88	Разд.1

Настоящий стандарт устанавливает полярографические методы определения кадмия (при массовой доле от 0,00005 до 0,0015%), сурьмы (при массовой доле от 0,00006 до 0,0015%) и теллура (при массовой доле от 0,00003 до 0,0001%) в меди высокой чистоты.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа и требования безопасности при выполнении анализов по ГОСТ 27981.0.

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ

Метод основан на полярографировании раствора, содержащего кадмий, на фоне 0,4 М соляной кислоты и 0,12 М хлорида аммония. Потенциал пика по отношению к донной ртути минус 0,8 В. Предварительно кадмий отделяют от меди путем цементации на металлическом алюминии.

2.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Полярограф типа ППТ-1 или ПУ-1.

Весы лабораторные аналитические типа ВЛР (или другого типа) 2-го класса точности.

Стаканы В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-1-250-14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки лабораторные В-36-80 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2-25-2, 2-100-2, 2-200-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 5-2-1, 6-2-5, 6-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 20292*.

* На территории Российской Федерации действуют ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29227-91-ГОСТ 29229-91, ГОСТ 29251-91-ГОСТ 29253-91, здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

Цилиндры 1-5, 1-10, 1-25, 1-50 по ГОСТ 1770.

Фильтр бумажный (желтая лента).

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1, и раствор 0,05 моль/дм³.

Алюминий гранулированный особой чистоты.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Формалин по ГОСТ 1625*.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 1625-89. - Примечание изготовителя базы данных.

Кадмий по ГОСТ 1467*.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 1467-93. - Примечание изготовителя базы данных.

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. Приготовление стандартных растворов

Раствор А: навеску кадмия массой 0,100 г растворяют при нагревании в 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор выпаривают до объема 2-3 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты и выпаривают до влажных солей. Выпаривание с 5 см³ соляной кислоты повторяют два раза. Затем к остатку приливают 5 см³ соляной кислоты и 50 см³ воды, растворяют соли при нагревании. Охлаждают, помещают раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 1 мг кадмия.

Раствор Б: отбирают 10 см³ раствора А, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг кадмия.

Раствор В: отбирают 10 см³ раствора Б и помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят водой до метки; используют свежеприготовленный раствор.

1 см³ раствора В содержит 0,0005 мг

кадмия.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску меди массой 1,000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при комнатной температуре. Затем нагревают и выпаривают раствор до влажных солей. Остаток обрабатывают 10 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха. Для полного удаления нитрат-ионов остаток обрабатывают еще три раза: один раз в 2-3 см³ формалина и два раза с 10 см³ соляной кислоты.

К остатку приливают 100 см³ с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ соляной кислоты, добавляют 1,5 г хлорида аммония и растворяют соли. В раствор вводят 6-8 гранул металлического алюминия (общим весом от 3,5 до 4,0 г) и в течение (60±5) мин проводят цементацию меди при периодическом перемешивании.

Раствор, с выделившейся на гранулах медью, фильтруют через бумажный фильтр, помещая фильтрат в стакан вместимостью 250 см³.

Стенки колбы обмывают 2-3 раза нагретой до кипения водой и 5-6 раз этой же водой фильтр, присоединяют промывные воды к основному фильтрату.

Объединенный фильтрат упаривают до объема 10 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³ и доводят водой до метки.

Из раствора удаляют кислород продуванием азотом в течение 10-15 мин и проводят полярографирование в интервале потенциалов от минус 0,5 до минус 0,9 В по отношению к донной рт

ути.

2.3.2. Определяют коэффициент пересчета методом добавок. Для этого 1 см³ стандартного раствора В помещают в колбу с навеской меди и далее продолжают анализ, как описано в

п.2.3.1. Коэффициент пересчета K вычисляют по формуле

$$K = \frac{H_1 - H_2}{C},$$

где H_1 - высота суммарного пика, соответствующая сумме высот пиков полярограммы кадмия в анализируемом растворе и добавки кадмия в этот раствор, мм;

H_2 - высота пика кадмия в анализируемом растворе, мм;

C - массовая концентрация кадмия, введенного в раствор пробы в виде добавки, мг/см³.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{H_2 \cdot V}{K \cdot m \cdot 10^4},$$

где V - вместимость мерной колбы, см³;

K - коэффициент пересчета;

m - масса навески меди, г;

H_2 - высота пика кадмия в растворе анализируемой пробы, мм.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ (d_n - показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях, а также в одной лаборатории, но в различных условиях (D - показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл.1.

Таблица 1

Массовая доля кадмия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %, результатов	
	параллельных определений d_n	анализов D
От 0,00005 до 0,00015 включ.	0,00003	0,00004

2.4.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов состава меди.

Результаты анализа проб признаются правильными, если воспроизведенная массовая доля компонента в стандартном образце отличается от аттестованной характеристики не более чем на значение $0,71 D$, которое приведено в табл.1.

2.4.4. Допускается контроль правильности результатов анализа проводить методом добавок. Массу добавки (объем стандартного раствора) выбирают таким образом, чтобы аналитический сигнал определяемого компонента увеличился в 2-3 раза по сравнению с данным аналитическим сигналом в отсутствии добавки.

Результаты анализа проб считаются правильными, если найденная величина добавки отличается от введенной ее величины не более чем на $0,71 \sqrt{D_1^2 + D_2^2}$, где D_1 и D_2 - допускаемое расхождение двух результатов анализа для пробы и пробы с добавкой.

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

Метод основан на электрохимическом восстановлении ионов сурьмы на фоне 6 М соляной кислоты, содержащей 0,19 М натрия фосфорноватистокислого.

Потенциал пика сурьмы по отношению к донной ртути минус 0,15 В.

Отделение сурьмы от мешающих примесей проводят соосаждением ее на гидроксиде железа.

3.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Полярограф типа ПУ-1 (переменно-токовый режим) или аналогичного типа.

Весы аналитические лабораторные 2-го класса точности любого типа.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-250 ТС по ГОСТ 25336 или Н-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-200-2, 2-1000-2, 1-1000-2, 1-200-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-10, 3-25, 3-250 по ГОСТ 1770.

Пипетки 4-2-1, 4-2-2, 5-2-5 по ГОСТ 20292.

Фильтр бумажный средней плотности (желтая лента) с фильтробумажной массой.

Чашки фарфоровые по ГОСТ 9147.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 1:5.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1, 2%-ный раствор.

Квасцы железоммонийные раствор 43 г/дм^3 : 8,6 г железоммонийных квасцов растворяют в 150 см^3 воды, содержащей 20 см^3 серной кислоты, помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят водой до метки.

1 см^3 раствора содержит 5 мг железа.

Гидразин серноокислый по ГОСТ 5841, перекристаллизованный; раствор 50 г/дм^3 : к 70 г гидразина приливают 200 см^3 воды, нагретой до кипения, и перемешивают до растворения соли. Раствор упаривают, не доводя до кипения, до образования кристаллической пленки. Охлаждают при комнатной температуре, раствор над кристаллами сливают, а полученную соль сушат в фарфоровой чашке в эксикаторе.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 20 г/дм^3 .

Натрий фосфорноватистокислый (гипофосфит натрия) по ГОСТ 200.

Сурьма по ГОСТ 108

9.

3.2. Подготовка к анализу

Приготовление стандартных растворов

Раствор А: навеску тонкорастертой сурьмы массой 0,100 г помещают в стакан (или колбу) вместимостью 200-300 см³ , приливают 20 см^3 серной кислоты и растворяют при сильном нагревании. Затем охлаждают, добавляют 150-200 см³ воды, перемешивают и вновь охлаждают. Приливают 80 см^3 серной кислоты, охлаждают и помещают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят водой до метки.

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

Раствор Б: отбирают пипеткой 5 см^3 раствора А, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3 , приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг сурьмы.

Раствор В: отбирают пипеткой 1 см³ раствора А, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, доводят водой до метки: раствор готовят в день проведения анализа.

1 см³ раствора В содержит 0,001 мг сурьмы.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. На стаканах, в которых будут проводить анализ меди, наносят стеклографитом метки, соответствующие 50, 100 и 150 см.

3.3.2. Навеску меди массой 2,000 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и оставляют без нагревания до прекращения бурной реакции выделения оксидов азота. Затем раствор нагревают и выпаривают до влажных солей. К остатку приливают 30 см³ соляной кислоты, воды до объема 100 см³ и нагревают до растворения солей. Доводят до кипения, снимают с плиты и сразу вводят при перемешивании 13-15 см³ раствора гидразина, оставляют без нагревания на 10-15 мин, при этом 2-3 раза перемешивают.

К полученному раствору приливают воды до объема 100 см³, вводят 1 см³ раствора железоаммонийных квасцов и осаждают сурьму на гидроксиде железа аммиаком, разбавленным 1:1, до появления устойчивой синей окраски раствора и еще добавляют 5 см³.

Дают осадку скоагулироваться в течение 20-25 мин и затем фильтруют на фильтр "желтая лента", в конус которого вложено немного фильтробумажной массы. Осадок на фильтре и стакан промывают 5-6 раз нагретой до кипения водой, содержащей 2% хлористого аммония и 2% аммиака.

Затем осадок растворяют на фильтре 20 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, промывают 3-4 раза горячей водой, собирая фильтрат в стакан, в котором проводили осаждение гидроксида железа. Общий объем раствора должен быть 50 см³.

Полученный раствор нагревают до кипения, снимают с плиты и сразу вводят при перемешивании 2 см³ раствора гидразина, оставляют стоять на 10-15 мин. Затем приливают воды до объема 100 см³, вводят 0,2 см³ железоаммонийных квасцов, перемешивают и повторяют осаждение гидроксидов аммиаком, разбавленным 1:1. Далее фильтруют, промывают осадок, как указано выше.

Осадок растворяют на фильтре в 20 см³ горячей серной кислоты, разбавленной 1:5, промывают фильтр 2-3 раза горячей водой, собирая фильтрат в стакан, в котором проводили осаждение. Приливают 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают раствор до появления белых паров, добавляют 5-6 капель азотной кислоты и снова выпаривают до белых паров. Снова охлаждают, смывают стенки стакана водой и выпаривают до появления белых паров: операцию повторяют.

Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют 0,4-0,5 г гипофосфита натрия, раствор кипятят 1-2 мин, охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³ и доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:1.

Из раствора удаляют кислород, продувая азот в течение 5-10 мин, и полярографируют в интервале потенциалов от минус 0,08 до минус 0,20 В по отношению к до

нной ртути.

3.3.3. Определяют коэффициент пересчета K методом добавок. Для этого аликвотную часть стандартного раствора В или Б помещают в стакан с навеской меди и далее поступают, как указано в п.3.3.2

$$K = \frac{H_{сп} - H_{п}}{C},$$

где $H_{сп}$ - высота пика, соответствующая сумме высот пиков полярограммы сурьмы в анализируемом растворе пробы и добавки сурьмы в этот раствор, мм;

$H_{п}$ - высота пика полярограммы сурьмы, полученная для раствора пробы, мм;

C - массовая концентрация сурьмы, введенной в раствор пробы в виде добавки, мг/дм³.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{H_{п} \cdot V}{K \cdot m \cdot 10^4},$$

где V - вместимость мерной колбы, см³;

K - коэффициент пересчета;

m - масса навески меди, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений при анализе пробы при доверительной вероятности $P=0,95$ (d_n - показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях, а также в одной лаборатории, но в различных условиях (D - показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл.2.

Таблица 2

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %, результатов	
	параллельных определений d_n	анализов D
От 0,00006 до 0,0015 включ.	0,00006	0,00006

3.4.3. Контроль правильности результатов анализа проводят в соответствии с пп.2.4.3, 2.4.4.

4. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕЛЛУРА

4.1. На фоне йодистого калия

Метод основан на полярографировании раствора, содержащего теллур, на фоне йодистоводородной кислоты в интервале потенциалов от минус 0,38 до минус 0,60 В.

4.1.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Полярограф типа ППТ-1 или ПУ-1.

Весы лабораторные аналитические любого типа 2-го класса точности.

Стаканы В-1-250 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-2-5, 2-2-10, 5-2-2 по ГОСТ 20292.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:3.

Смесь кислот азотной и соляной в соотношении 1:3 (свежеприготовленная).

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор 2 моль/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 5:95.

Железо (III) сернокислое 9-водное по ГОСТ 9485, раствор 1 г/дм³.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Аргон по ГОСТ 10157.

Теллур высокой чистоты по нормативно-технической документации.

4.1.2. Подготовка к анализу

4.1.2.1. Приготовление стандартных растворов

Раствор А: навеску теллура массой 0,100 г растворяют в 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают раствор досуха, не прокаливая. К остатку приливают 20 см³ соляной кислоты, помещают раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 1 мг теллура.

Раствор Б: отбирают 5 см³ раствора А, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты и доводят водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг теллура.

Раствор В: отбирают 10 см³ раствора Б, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

1 см³ раствора В содержит 0,001 мг теллура.

лура.

4.1.2.2. Приготовление растворов сравнения

Для приготовления растворов сравнения в ряд стаканов вместимостью 50 см³ помещают 0,0; 2,0; 5,0; 10 см³ стандартного раствора В, добавляют по 0,2 см³ серной кислоты и выпаривают до появления густых белых паров серной кислоты. Выпаривание с 0,2 см³ серной кислоты проводят три раза. Охлаждают, приливают 6 см³ раствора йодистого калия и 20-30 см³ воды, перемешивают, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят водой

до метки. Растворы устойчивы в течение 4-6 ч

4.1.3. Проведение анализа

Навеску меди массой 1,000 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10-15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до растворения навески. Охлаждают, прибавляют 2 см³ раствора сернокислого железа, разбавляют водой до объема 50 см³, нейтрализуют аммиаком до начала выпадения гидроксида железа и еще 5 см³ в избытке. Нагревают раствор в течение 5-7 мин, затем фильтруют через фильтр средней плотности. Промывают фильтр с осадком 3-5 раз аммиаком, разбавленным 5:95, и затем 3-4 раза горячей водой.

Смывают водой осадок с фильтра в стакан, в котором проводили осаждение, приливают 5 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения. В растворе вновь осаждают гидроксид железа аммиаком и фильтруют осадок на тот же фильтр. Промывают фильтр 5-6 раз горячей водой. Растворяют осадок на фильтре в 10-15 см³ смеси кислот и промывают фильтр 5-6 раз горячей водой.

Фильтрат упаривают до объема 10-15 см³, добавляют 0,2 см³ серной кислоты и выпаривают до появления густых белых паров. Выпаривание с 0,2 см³ серной кислоты проводят три раза. После охлаждения приливают 6 см³ раствора йодистого калия и 10-20 см³ воды, перемешивают, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят водой до метки.

Раствор переносят в электролизер, освобождают от кислорода продуванием азотом или аргоном. Полярографируют в интервале потенциалов от минус 0,38 до минус 0,60 В одновременно с растворами сравнения и раствором контрольного

опыта.

4.1.4. Обработка результатов

4.1.4.1. Массовую долю теллура (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot V}{K \cdot m \cdot 10^4},$$

где H - высота пика анализируемого раствора с учетом контрольного опыта, мм;

V - вместимость мерной колбы, см³;

K - среднее значение отношения высот волн, полученных при полярографировании растворов сравнения теллура к концентрациям этих растворов, мм·см³/мг (см. п.3.3.3.).

4.1.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений при анализе пробы при доверительной вероятности $P=0,95$ (d_n - показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в разных лабораториях, а также в одной лаборатории, но в различных условиях (D - показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл.3.

Таблица 3

Массовая доля теллура, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %, результатов	
	параллельных определений d_n	анализов D
От 0,00003 до 0,00010 включ.	0,00002	0,00003

Св. 0,0001 до 0,0002 "	0,00004	0,00005
" 0,0002 " 0,0005 "	0,0001	0,0002
" 0,0005 " 0,0010 "	0,0002	0,0003
" 0,0010 " 0,0020 "	0,0003	0,0004

4.1.4.3. Контроль правильности результатов анализа проводят в соответствии с пп.2.4.3, 2.4.4.

4.2. На фоне фосфорной кислоты

Метод основан на полярографировании раствора, содержащего теллур, на фоне фосфорной кислоты в интервале потенциалов от минус 0,6 до минус 1,5 В после предварительного выделения теллура на гидроксиде железа.

4.2.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Полярограф типа ППТ-1 или ПУ-1 (переменно-токовый режим).

Стакан Н-1-100 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1-50-2, 2-100-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 3-2-5, 3-2-10 по ГОСТ 20292.

Цилиндр 1-10, 3-25 по ГОСТ 1770.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, разбавленная 1:3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор 5:95.

Железо (III) сернокислое 9-водное по ГОСТ 9485, раствор 1 г/дм³.

Азот по ГОСТ 9293.

Аргон по ГОСТ 10157.

Теллур высокой чистоты по нормативно-технической документации.

4.2.2. Подготовка к анализу

4.2.2.1. Приготовление стандартных растворов

Раствор А: навеску теллура массой 0,100 г растворяют в 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают раствор досуха, не прокаливая. К остатку приливают 20 см³ соляной кислоты, помещают раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

1 см³ раствора А содержит 1 мг теллура.

Раствор Б: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты, доводят водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг теллура.

Раствор В: 10 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

1 см³ раствора В содержит 0,001 мг теллура.

4.2.2.2. Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают 1,0; 2,5; 5,0; 10,0 стандартного раствора В и 2,5; 5,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0010; 0,0025; 0,0050; 0,0100; 0,0250; 0,0500 и 0,1000 мг теллура. Во все колбы приливают по 25 см³ ортофосфорной кислоты, разбавленной 1:3, и доводят водой до метки.

4.2.3. Проведение анализа

Навеску меди массой 0,50-5,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 10-30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до растворения. Раствор охлаждают и прибавляют 1-2 см³ раствора сернокислого железа, разбавляя водой до 50 см³, нейтрализуют аммиаком до начала выпадения гидроксида железа и приливают избыток аммиака 5 см³. Нагревают раствор в течение 5-7 мин, после чего отфильтровывают. Осадок промывают аммиаком, разбавленным 5:95, затем растворяют на фильтре в горячей соляной кислоте, разбавленной 1:1, собирая раствор в стакан, в котором проводили осаждение. Повторяют осаждение гидроксида железа аммиаком, фильтруют, промывают горячим аммиаком, разбавленным 5:95.

Осадок на фильтре растворяют в 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:3, приливают к раствору мерным цилиндром 10 см³ азотной кислоты и выпаривают досуха. Осадок растворяют при нагревании в 5-25 см³ ортофосфорной кислоты, разбавленной 1:3, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 10-50 см³ и доводят водой до метки.

Раствор переносят в электролизер, освобождают от кислорода с помощью азота, аргона или другого инертного газа. После этого полярографируют в интервале потенциалов от минус 0,6 до 1,5 В по отношению к донной ртути ($E_{\text{ртуть}} = -1,1 \text{ В}$).

Одновременно проводят полярографирование растворов сравнения.

4.2.4. Обработка результатов

4.2.4.1. Массовую долю теллура (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot V}{K \cdot m \cdot 10^4},$$

где H - высота пика анализируемого раствора за вычетом высоты пика контрольного опыта, мм;

V - вместимость мерной колбы, см³;

K - среднее значение отношения высот волн, полученных при полярографировании растворов сравнения теллура, к массовым концентрациям этих растворов, мм·см³/мг (п.3.3.3);

m - масса навески меди, г.

4.2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений d_n и результатов анализа одной и той же пробы D приведены в табл.3.

4.2.4.3. Контроль правильности результатов анализа проводят в соответствии с пп.2.4.3, 2.4.4.

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
Медь высокой чистоты. Методы анализа:
Сборник ГОСТов. ГОСТ 27981.0-88-ГОСТ 27981.6-88. -
М.: Издательство стандартов, 1989