УДК 622.341.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГРАФИТ

Методы определения меди

Graphite. Methods for determination of copper

ГОСТ 17818.10—90

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графитсодержащих отходов металлургического и других производств, и устанавливает методы определения меди: фотометрический метод с диэтилдитиокарбаматом свинца в хлороформе и фотометрический метод с диэтилдитиокарбаматом натрия в четыреххлористом углероде.

При возникновении разногласий в оценке качества по величине массовой доли меди определение проводят с диэтилдитиокарбаматом свинца в хлороформе.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 17818.0.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ С ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТОМ СВИНЦА В ХЛОРОФОРМЕ

2.1. **Сущность метода**

Метод основан на образовании желтого комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом свинца, экстрагировании хлороформом этого соединения и фотометрировании окрашенного раствора.

2.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Фотоэлектрокалориметр по ГОСТ 12083.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1.

gost.e-ecolog.ru

Хлороформ (трихлорметан).

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, раствор концентрации 1 г/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор концентрации 1 г/дм³.

Стандартный раствор меди: 0,3929 г сернокислой меди растворяют в воде, приливают 1 см³ серной кислоты, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ доливают водой до метки и перемешивают, стандартный раствор с массовой концентрацией меди 0,1 мг/см³ (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор меди: отбирают пипеткой 50 см³ стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией меди 0,01 мг/см³ (раствор Б).

2.3. **Подготовка к анализу**

2.3.1. Приготовление раствора диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе

К 100 см³ раствора уксуснокислого свинца приливают 50 см³ свежеприготовленного раствора диэтилдитиокарбамата натрия. Раствор фильтруют через фильтр «красная лента», фильтрат удаляют. Осадок растворяют в 250 см³ хлороформа и, если раствор мутный, его фильтруют через сухой фильтр «красная лента». Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают хлороформом до метки и перемешивают.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью 100—250 см³ отмеривают бюреткой 0; 1; 2; 3; 4; 6; 8; 10 и 12 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10 и 0,12 мг меди.

В каждую воронку приливают по 10—15 см³ воды, по каплям аммиак (1 : 1) до pH 3 по универсальной индикаторной бумаге, по 5 см³ хлороформного раствора диэтилдитиокарбамата свинца, закрывают воронку пробкой и встряхивают в течение 1—2 мин. Раствор отстаивают 5 мин, затем сливают нижний слой экстрагента в мерную колбу вместимостью 50 см³. Экстрагирование повторяют до тех пор, пока последняя порция экстракта не станет бесцветной. Экстракты соединяют, доливают хлороформом до метки колбы и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют через сухой фильтр «красная лента», отбрасывая первую порцию фильтрата.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 400—500 нм, в кювете с толщиной слоя раствора 10—50 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий меди. Градуировочный график строят по ГОСТ 17818.0.

2.4. **Проведение анализа**

Навеску графита массой 10—25 г помещают в стакан вместимостью 300—400 см³, приливают соответственно 40—100 см³ разбавленной 1 : 1 азотной кислоты и кипятят 10 мин до полного удаления оксидов азота. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см³. Осадок промывают 5—6 раз горячей водой и удаляют. Раствор доливают водой до метки и перемешивают (основной раствор).

От основного раствора отбирают аликвотную часть 1—10 см³ в делительную воронку вместимостью 100—250 см³, приливают 10 см³ воды, аммиака до установления pH 3 по универсальной индикаторной бумаге, 5 см³ хлороформного раствора диэтилдитиокарбамата свинца и далее продолжают анализ, как указано в п. 2.3.2.

По измеренной оптической плотности по градуировочному графику находят массу меди в миллиграммах.

2.5. **Обработка результата**

2.5.1. Массовую долю меди (X_{Cu}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Cu}=\frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса меди, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем основного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески графита, г.

2.5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,005% при массовой доле меди до 0,1% и 0,01% при массовой доле меди более 0,1%.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ С ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТОМ НАТРИЯ В ЧЕТЫРЕХХЛОРИСТОМ УГЛЕРОДЕ

3.1. **Сущность метода**

Метод основан на образовании желтого комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия в щелочной среде.

3.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Фотоэлектрокалориметр по ГОСТ 12083.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор концентрации 1 г/дм³; хранят в склянке из темного стекла не более 3 сут.

Натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280, раствор концентрации 100 г/дм³.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Тимоловый синий, раствор концентрации 1 г/дм³ в растворе этилового спирта, разбавленного 1 : 4.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор концентрации 100 г/дм³.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165.

Стандартные растворы меди по п. 2.2.

3.3. **Подготовка к анализу**

Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью 100—250 см³ отмеривают бюреткой 0; 1; 2; 3; 4; 6; 8; 10 и 12 см³ стандартного раствора Б. В каждую воронку приливают по 10—15 см³ воды, по 2 см³ раствора лимоннокислого натрия, по 2 см³ трилона Б, по 2—3 капли тимолового синего и по каплям раствор аммиака до изменения окраски раствора в голубую. Приливают по 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и перемешивают. Через 10 мин прибавляют по 10 см³ четыреххлористого углерода, закрывают воронку пробкой и встряхивают в течение 1—2 мин. Раствор отстаивают 5 мин и сливают слой экстрагента в мерную колбу вместимостью 50 см³. Экстрагирование повторяют и сливают слой экстрагента в ту же мерную колбу, доливают четыреххлористым углеродом до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектрокалориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 400—450 нм, в кювете с толщиной слоя раствора 10—50 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий меди. Градуировочный график строят по ГОСТ 17818.0.

3.4. **Проведение анализа**

От основного раствора, полученного по п. 2.4, отбирают аликвотную часть раствора 1—10 см³ в делительную воронку вместимостью 100—250 см³, приливают 10—15 см³ воды, 2 см³ лимоннокислого натрия, 2 см³ трилона Б и встряхивают. Затем добавляют 3—4 капли тимолового синего и по каплям раствор аммиака до изменения окраски раствора из розовой в желтую и 2 см³ в избыток (pH 9—9,5). Приливают 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и далее продолжают анализ, как указано в п. 3.3.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По измеренной оптической плотности по градуировочному графику находят массу меди в миллиграммах.

3.5. **Обработка результатов**

3.5.1. Массовую долю меди (X_{Cu}) в процентах вычисляют по п. 2.5.1.

3.5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений — по п. 2.5.2.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Концерном «Союзминерал»

   РАЗРАБОТЧИКИ

   И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы), **А. М. Набойщикова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 685

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 17818.10—75**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 1027—67	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2; 3.2
ГОСТ 4165—78	2.2; 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2
ГОСТ 8864—71	2.2; 3.2
ГОСТ 10652—73	3.2
ГОСТ 12083—78	2.2; 3.2
ГОСТ 17818.0—90	1; 2.3.2; 3.3
ГОСТ 18300—87	3.2
ГОСТ 20288—74	3.2
ГОСТ 22280—76	3.2

gost.e-ecolog.ru