УДК 622.354.3—492:546.56.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

Метод определения меди

Talc and talcomagnesite.
Method for determination of copper

ГОСТ 19728.10—88

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.89
до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на микротальк, молотые тальк и талькомагнезит и устанавливает фотометрический метод определения меди.

Сущность метода заключается в образовании комплексного соединения с диэтилдитиокарбаматом натрия в щелочной среде.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 19730—74.

1.2. Общие требования к методу определения меди — по ГОСТ 19728.0—74.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083—78.

Весы лабораторные 2-го класса точности с погрешностью взвешивания не более 0,0005 г по ГОСТ 24104—80.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1 : 1.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор концентрации 100 г/дм³.

Натрий лимоннокислый по ГОСТ 22280—76, раствор концентрации 200 г/дм³.

Натрий N,N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, водный раствор концентрации 0,1 г в 100 см³. Хранят в банке из темного стекла не более 3 суток.

gost.e-ecolog.ru

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—72.

Тимоловый синий, раствор концентрации 0,1 г в 100 см³ 20%-ного этилового спирта.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78.

Стандартные растворы меди:

раствор А: 0,3928 г свежеперекристаллизованной сернокислой меди растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,1 мг меди;

раствор Б: от раствора А отбирают 50 см³ в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. В 1 см³ раствора Б содержится 0,005 мг меди.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. От раствора по ГОСТ 19728.9—88 отбирают аликвотную часть 50 см³ в делительную воронку вместимостью 250 см³, приливают 140—150 см³ воды, 10 см³ раствора лимоннокислого натрия, 2 см³ раствора трилона Б, 3—4 капли тимолового синего и по каплям раствор аммиака до изменения окраски раствора в голубую (pH 9—9,2).

Приливают 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, раствор встряхивают и оставляют на 10 мин. После этого приливают в делительную воронку 7—8 см³ четыреххлористого углерода, закрывают воронку пробкой и энергично встряхивают в течение 1—2 мин. Раствор отстаивают 5 мин и сливают слой экстрагента в мерную колбу вместимостью 25 см³. Экстрагирование повторяют еще дважды и сливают слой экстрагента в ту же мерную колбу, доливают четыреххлористым углеродом до метки и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют через сухой фильтр «красная лента», отбрасывая первую порцию фильтрата. Через 5 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 400—450 нм, в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 20 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

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

3.2. Для построения градуировочного графика в делительные воронки вместимостью по 250 см³ отбирают 1; 2; 3; 4; 6 и 8 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,030 и 0,040 мг меди. В каждую воронку приливают 140—150 см³ воды, 10 см³ раствора лимоннокислого натрия, 2 см³ раствора трилона Б, 2—3 капли тимолового синего и по каплям раствор аммиака до изменения окраски раствора в голубую. Прилива-

ют по 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и перемешивают, через 10 мин прибавляют 7—8 см³ четыреххлористого углерода и далее продолжают, как указано в п. 3.1, используя в качестве раствора сравнения четыреххлористый углерод, проведенный через все стадии экстрагирования.

По данным оптических плотностей растворов и соответствующим им массам меди в миллиграммах строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

V — общий объем анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для проведения анализа, см³;

m — масса навески, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,0005 % при массовой доле меди до 0,0050 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством промышленности строительных материалов СССР

   ИСПОЛНИТЕЛИ

   И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы), **С. Н. Шевцова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.02.88 № 319

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 19728.10—74**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 3760—79	2.1
ГОСТ 4165—78	2.1
ГОСТ 8864—71	2.1
ГОСТ 10652—73	2.1
ГОСТ 12083—78	2.1
ГОСТ 18300—72	2.1
ГОСТ 19728.0—74	1.2
ГОСТ 19728.9—88	3.1
ГОСТ 19730—74	1.1
ГОСТ 20288—74	2.1
ГОСТ 22280—76	2.1
ГОСТ 24104—80	2.1

gost.e-ecolog.ru