МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

Определение меди

Издание официальное

БЗ 1—2000/772

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 13 «Неметаллоруд»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 19 от 24 мая 2001 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 30 июля 2001 г. № 30-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 19728.10—2001 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 марта 2002 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 19728.10—88

© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Аппаратура, реактивы и растворы 2
5 Подготовка к анализу 2
6 Проведение анализа 2
7 Обработка результатов 3

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

Определение меди

Talc and talcomagnesite. Method for determination of copper

Дата введения 2002—03—01

1 Область применения

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

Сущность метода заключается в образовании комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия в щелочной среде, экстрагировании его четыреххлористым углеродом и фотометрировании окрашенного экстрагента.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 8864—71 Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19728.0—2001 Тальк и талькомагнезит. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 19728.9—2001 Тальк и талькомагнезит. Определение оксида марганца (II)

ГОСТ 19730—74 Тальк и талькомагнезит. Метод отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 20288—74 Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 22280—76 Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

3 Общие требования

3.1 Отбор проб — по ГОСТ 19730.

3.2 Общие требования к методу определения меди — по ГОСТ 19728.0.

Издание официальное

4 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Воронки делительные по ГОСТ 25336.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор 0,1 г в 100 $см^3$. Хранят в банке из темного стекла не более 3 суток.

Соль динатриевая этилендиамин N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 100 $г/дм^3$.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Натрий лимоннокислый по ГОСТ 22280, раствор 200 $г/дм^3$.

Тимоловый синий (индикатор), раствор 0,1 г в 100 $см^3$ 20 %-ного этилового спирта.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165.

Стандартные растворы меди:

Раствор А: 0,3928 г свежеперекристаллизованной сернокислой меди растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг меди.

Раствор Б: от раствора А отбирают 50 $см^3$ в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,005 мг меди.

5 Подготовка к анализу

5.1 Для построения градуировочного графика в делительные воронки вместимостью по 250 $см^3$ отбирают 1; 2; 3; 4; 6 и 8 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,030 и 0,040 мг меди. В каждую воронку приливают 100 $см^3$ воды и 10 $см^3$ раствора лимоннокислого натрия, 2 $см^3$ раствора трилона Б, 2 — 3 капли тимолового синего и по каплям раствор аммиака до изменения окраски раствора в голубую. Приливают по 2 $см^3$ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и перемешивают 1 — 2 мин. Через 10 мин приливают 7 — 8 $см^3$ четыреххлористого углерода, закрывают воронку пробкой и энергично встряхивают 2 мин.

Раствор отстаивают 5 мин и сливают слой экстрагента в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$.

5.2 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 толщиной колориметрируемого слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения используют четыреххлористый углерод, проведенный через все стадии экстрагирования.

5.3 Строят градуировочный график зависимости оптических плотностей растворов от соответствующих им масс меди в миллиграммах.

6 Проведение анализа

6.1 От раствора по ГОСТ 19728.9 отбирают аликвотную часть 50 $см^3$ в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$, приливают 100 $см^3$, воды, 10 $см^3$ раствора лимоннокислого натрия, 2 $см^3$ раствора трилона Б, 3 — 4 капли тимолового синего и по каплям раствор аммиака до изменения окраски в голубую (pH 9,0 — 9,2).

Приливают 2 $см^3$ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, раствор перемешивают и оставляют на 10 мин.

После этого приливают в делительную воронку 7 — 8 $см^3$ четыреххлористого углерода, закрывают воронку пробкой и энергично встряхивают 1 — 2 мин. Раствор отстаивают 5 мин и сливают слой экстрагента в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$. Далее анализ продолжают, как указано в 5.1.

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

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

7 Обработка результатов

7.1 Массовую долю меди X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V 100}{V_1 m 1000}, \quad (1)$$

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

V — общий объем анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для проведения анализа, см^3;

m — масса навески пробы, г.

7.2 Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,0005 % при массовой доле меди до 0,0050 %.

УДК 622.354.3-492:546.723-31.06:006.354 МКС 73.080 А59 ОКСТУ 5709

Ключевые слова: тальк, талькомагнезит, микротальк, метод определения меди, экстрагент, фотометрирование

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *О.В. Арсеевой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 27.08.2001. Подписано в печать 28.09.2001. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,43.
Тираж 254 экз. С 2253. Зак. 919.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru