УДК 622.355.5 : 546.56.06 : 006.354 Группа А49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МЕЛ

Метод определения массовой доли меди

Chalk. Method for determination of copper content

ГОСТ 21138.4—85

Взамен ГОСТ 21138.4—75

ОКСТУ 0709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 ноября 1985 г. № 3746 срок действия установлен

с 01.01.87
до 01.01.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на природный мел и устанавливает экстракционно-фотоколориметрический метод определения массовой доли меди.

Метод основан на взаимодействии меди с диэтилдитиокарбаматом натрия после растворения навески мела в соляной кислоте и осаждения железа и алюминия аммиаком, экстрагировании образовавшегося диэтилдитиокарбамата меди четыреххлористым углеродом и фотометрировании экстракта.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу — по ГОСТ 21138.0—85.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

весы лабораторные по ГОСТ 24104—80;

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56, ФЭК-60 или аналогичных типов;

часы песочные по ГОСТ 10576—74 или секундомер по ГОСТ 5072—79;

колбы мерные вместимостью 25, 100 и 1000 см³ по ГОСТ 1770—74;

бюретки вместимостью 25 см³ по ГОСТ 20292—74;

пипетки вместимостью 2 и 25 см³ по ГОСТ 20292—74;

gost.e-ecolog.ru

микробюретки вместимостью 2 и 5 см³ по ГОСТ 20292—74;
цилиндр мерный вместимостью 10 см³ по ГОСТ 1770—74;
стаканы вместимостью 150 и 250 см³ по ГОСТ 25336—82;
воронки делительные вместимостью 100 или 250 см³ по ГОСТ 25336—82;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1 : 1;
аммиак водный по ГОСТ 3760—79, концентрированный и разбавленный 1 : 1;
натрия N, N′-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, свежеприготовленный раствор с массовой долей 0,1%, готовят на бидистиллированной воде и отфильтровывают;
натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280—76, раствор с массовой долей 10%;
соль динатриевую этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, двухводную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с массовой долей 10%;
углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74;
спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высший сорт;
воду дистиллированную по ГОСТ 6708—72;
смешанный индикатор тимоловый синий — фенолфталеин (смешивают спиртовые растворы с массовой долей 0,1% 1 : 3 по ГОСТ 4919.1—77);
кислоту серную по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации $C=0{,}0005$ моль/дм³;
медь сернокислую по ГОСТ 4165—78;
стандартные растворы меди:
раствор А, содержащий 1 мг меди в 1 см³, готовят по ГОСТ 4212—76;
раствор Б, содержащий 0,01 мг меди в 1 см³, готовят следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки раствором серной кислоты концентрации $C=0{,}0005$ моль/дм³ и перемешивают (срок годности раствора 1 сут).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Построение градуировочного графика

Готовят серию стандартных растворов, для чего в делительные воронки вместимостью 100 см³ или 250 см³ последовательно вливают пипеткой по 25 см³ воды и микробюреткой вносят соответственно 0,25; 0,50; 1,00; 1,50; 2,00 и 2,50 см³ раствора Б, что соответствует содержанию 0,0025; 0,0050; 0,0100; 0,0150; 0,0200 и 0,0250 мг меди, затем в каждую воронку бюреткой доливают по 2 см³ лимоннокислого натрия трехзамещенного, по 2 см³ трилона Б и встряхивают. Затем добавляют 3—4 капли смешанного инди-

катора и по каплям концентрированный аммиак до изменения окраски раствора от желтой до фиолетовой и 1 см³ разбавленного аммиака (pH 9,0—9,5). Приливают по 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, раствор встряхивают в течение 1 мин и оставляют на 10 мин. После этого приступают к экстрагированию, для чего в делительные воронки приливают по 10 см³ четыреххлористого углерода, закрывают воронки пробкой и встряхивают в течение 1—2 мин.

Растворы отстаивают 5 мин и сливают слой экстракта в мерную колбу вместимостью 25 см³. Экстрагирование повторяют и сливают слой экстракта в ту же мерную колбу, доливают четыреххлористым углеродом до метки и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор. Для этого отбирают пипеткой 25 см³ воды, подвергают экстрагированию в делительной воронке, добавляя такой же объем и в той же последовательности все реактивы и четыреххлористый углерод (для первого и повторного экстрагирования). Экстракт объединяют в мерную колбу вместимостью 25 см³ и доливают четыреххлористым углеродом до метки, перемешивают и используют в качестве контрольного раствора.

Через 5 мин измеряют оптическую плотность стандартных растворов на фотоэлектроколориметре (по отношению к контрольному раствору), применяя светофильтр с областью светопропускания 400—435 нм (при использовании ФЭК 56 М — светофильтр № 3), в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 10 мм. Во время измерения оптических плотностей кюветы следует закрывать крышками.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу меди в стандартных растворах в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей (среднее арифметическое двух параллельных определений).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску мела массой 10 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в соляной кислоте (1 : 1), приливая ее по частям, пока не прекратится выделение углекислого газа и еще избыток 2—3 см³. Измерение массы навески мела производят с погрешностью до второго десятичного знака. Раствор нагревают до кипения. После охлаждения к раствору добавляют 3—4 капли смешанного индикатора и по каплям раствор аммиака до pH 9,0—9,5 (как указано п. 3.1), затем раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора в колбе доливают водой до метки, перемешивают и фильтруют через фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

В делительную воронку вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 25 см³ фильтрата, добавляют по 2 см³ растворов трехзамещенного лимоннокислого натрия и трилона Б и встряхивают. При необходимости корректируют pH раствором аммиака (1 : 1) и приливают 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, раствор встряхивают и оставляют на 10 мин. После этого в делительную *воронку приливают 10 см³ четыреххлористого углерода, закрывают* воронку пробкой и встряхивают в течение 1—2 мин. Раствор отстаивают 5 мин и сливают слой экстракта в мерную колбу вместимостью 25 см³. Экстрагирование повторяют и сливают слой экстракта в ту же мерную колбу, доливают четыреххлористым углеродом до метки и перемешивают.

Для получения контрольного раствора такой же объем соляной кислоты, который потребовался для разложения навески мела, нейтрализуют аммиаком до pH 9,0—9,5 по смешанному индикатору и переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Из полученного раствора отбирают пипеткой 25 см³ раствора в делительную воронку вместимостью 100 см³, добавляют в таком же объеме и в той же последовательности все реактивы и четыреххлористый углерод, встряхивают и собирают экстракт в колбу вместимостью 25 см³, как при построении градуировочного графика.

Через 5 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора (по отношению к контрольному раствору), как указано выше.

Массу меди в анализируемом растворе определяют по градуировочному графику.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески пробы, г.

5.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать 0,0001% — при массовой доле меди до 0,0005% и 0,0002% — при массовой доле меди от 0,0005 до 0,001%.

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 21138.0—85	*Мел. Общие требования к методам анализа*	1
ГОСТ 21138.1—85	Мел. Метод определения массовой доли водорастворимых веществ	3
ГОСТ 21138.2—85	Мел. Метод определения массовой доли сульфат ионов в водной вытяжке	5
ГОСТ 21138.3—85	Мел. Метод определения массовой доли хлорид ионов в водной вытяжке	7
ГОСТ 21138.4—85	Мел. Метод определения массовой доли меди	11

Редактор *Н Е Шестакова*
Технический редактор *М И Максимова*
Корректор *А Г Старостин*

Сдано в наб 16 12 85 Подп в печ 23 01 86 1 0 усл п л 1 0 усл кр отт 0 86 уч изд л
Тир 16 000 Цена 5 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов 123840 Москва ГСП Новопресненский пер 3
Тип «Московский печатник» Москва Лялин пер 6 Зак 1578

gost.e-ecolog.ru