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/дм$^3$.

Натрий лимоннокислый по ГОСТ 22280—76, раствор концентрации 200 г/дм$^3$.

Натрий N,N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, водный раствор концентрации 0,1 г в 100 см$^3$. 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. Приливa-

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