

МЕЛ

Метод определения массовой доли меди

Chalk. Method for determination of
copper contentГОСТ
21138.4—85Взамен
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, экстрагирования 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;
 - пилетки вместимостью 2 и 25 см³ по ГОСТ 20292—74;

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 10⁰/₁₀;

соль динатриевую этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, двухводную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с массовой долей 10⁰/₁₀;

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 0,1⁰/₁₀ 1:3 по ГОСТ 4919.1—77);

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации $C = 0,0005$ моль/дм³;

медь сернистую 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 см^3 разбавленного аммиака (рН 9,0—9,5). Приливают по 2 см^3 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 см^3 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 см^3 . 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 см^3 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 см^3 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 кюветках 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 см^3 и растворяют в соляной кислоте (1:1), приливая ее по частям, пока не прекратится выделение углекислого газа и еще избыток 2—3 см^3 . 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 рН 9,0—9,5 (как указано п. 3.1), затем раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 . 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 рН 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 рН 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	4 2 2 4 4
+ 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 Подл. в печ. 23.01.86 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,86 уч.-изд. л.
Тир. 16 000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тел. «Московская печатня», Москва, Дялиш пер., б. Зак. 1578