

КАОЛИН ОБОГАЩЕННЫЙ

Метод определения меди

Concentrated kaolin.
Method for determination of copper**ГОСТ****19609.8—89**

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на обогащенный каолин и устанавливает фотометрический метод определения меди.

Метод основан на образовании желтого комплексного соединения с диэтилдитиокарбаматом натрия в щелочной среде.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 19609.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

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

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

Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, водный раствор концентрации 0,1 г в 100 см³. Хранят в склянке из темного стекла не более 3 суток.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

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

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165.**Стандартные растворы меди:**

раствор А: 0,3928 г свежеперекристаллизованной сернокислой меди растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³, 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 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. В 1 см³ раствора Б содержится 0,005 мг меди.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ**3.1. Построение градуировочного графика**

В делительные воронки вместимостью по 250 см³ отбирают 0; 1; 2; 3; 4; 6 и 8 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,030 и 0,040 мг меди.

В каждую воронку приливают по 150 см³ воды, по 10 см³ лимоннокислого натрия, по 2 см³ трилона Б, по 2—3 капли тимолового синего и по каплям раствор аммиака до изменения окраски раствора в голубую. Приливают по 2 см³ диэтилдитиокарбамата натрия и перемешивают, через 10 мин прибавляют 7 см³ четыреххлористого углерода, закрывают воронку пробкой и энергично встряхивают 2 мин. Раствор отстаивают 5 мин и сливают слой экстрагента в мерную колбу вместимостью 25 см³. Экстрагирование проводят 3 раза 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, не содержащий меди.

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

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

От раствора по ГОСТ 19609.7 отбирают аликвотную часть 50 см³ в делительную воронку вместимостью 250 см³, приливают 150 см³ воды, затем в воронку вводят все реактивы и поступают, как при построении градуировочного графика.

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

По величине оптической плотности анализируемого раствора по градуировочному графику определяют массу меди в миллиграммах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю меди (X_{Cu}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{\text{Cu}} = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot V}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

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.

5.2. Допускаемое расхождение между результатами 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),
Н. М. Метальникова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.03.89 № 485

3. ВЗАМЕН ГОСТ 19609.8—79

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела |
|---|---------------|
| ГОСТ 3760—79 | 2 |
| ГОСТ 4165—78 | 2 |
| ГОСТ 8864—71 | 2 |
| ГОСТ 10652—73 | 2 |
| ГОСТ 12083—78 | 2 |
| ГОСТ 18300—87 | 2 |
| ГОСТ 19609.0—89 | 1 |
| ГОСТ 19609.7—89 | 4 |
| ГОСТ 20228—74 | 2 |
| ГОСТ 22280—76 | 2 |
| ГОСТ 24104—80 | 2 |