

ГРАФИТ**Методы определения меди**Graphite. Methods for
determination of copper**ГОСТ****17818.10—90**

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графитосодержащих отходов металлургического и других производств, и устанавливает методы определения меди: фотометрический метод с диэтилдитиокарбаматом свинца в хлороформе и фотометрический метод с диэтилдитиокарбаматом натрия в четыреххлористом углероде.

При возникновении разногласий в оценке качества по величине массовой доли меди определение проводят с диэтилдитиокарбаматом свинца в хлороформе.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 17818.0.

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ
С ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТОМ СВИНЦА В ХЛОРОФОРМЕ****2.1. Сущность метода**

Метод основан на образовании желтого комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом свинца, экстрагировании хлороформом этого соединения и фотометрировании окрашенного раствора.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектрокалориметр по ГОСТ 12083.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1.

Хлороформ (трихлорметан).

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, раствор концентрации 1 г/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор концентрации 1 г/дм³.

Стандартный раствор меди: 0,3929 г сернокислой меди растворяют в воде, приливают 1 см³ серной кислоты, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ доливают водой до метки и перемешивают, стандартный раствор с массовой концентрацией меди 0,1 мг/см³ (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор меди: отбирают пипеткой 50 см³ стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией меди 0,01 мг/см³ (раствор Б).

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Приготовление раствора диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе

К 100 см³ раствора уксуснокислого свинца приливают 50 см³ свежеприготовленного раствора диэтилдитиокарбамата натрия. Раствор фильтруют через фильтр «красная лента», фильтрат удаляют. Осадок растворяют в 250 см³ хлороформа и, если раствор мутный, его фильтруют через сухой фильтр «красная лента». Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают хлороформом до метки и перемешивают.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью 100—250 см³ отмеривают бюреткой 0; 1; 2; 3; 4; 6; 8; 10 и 12 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10 и 0,12 мг меди.

В каждую воронку приливают по 10—15 см³ воды, по каплям аммиак (1:1) до рН 3 по универсальной индикаторной бумаге, по 5 см³ хлороформного раствора диэтилдитиокарбамата свинца, закрывают воронку пробкой и всгряхивают в течение 1—2 мин. Раствор отстаивают 5 мин, затем сливают нижний слой экстракта в мерную колбу вместимостью 50 см³. Экстрагирование повторяют до тех пор, пока последняя порция экстракта не станет бесцветной. Экстракты соединяют, доливают хлороформом до метки колбы и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют через сухой фильтр «красная лента», отбрасывая первую порцию фильтрата.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектрокалориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 400—500 нм, в кювете с толщиной слоя раствора 10—50 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий меди. Градуировочный график строят по ГОСТ 17818.0.

2.4. Проведение анализа

Навеску графита массой 10—25 г помещают в стакан вместимостью 300—400 см³, приливают соответственно 40—100 см³ разбавленной 1:1 азотной кислоты и кипятят 10 мин до полного удаления оксидов азота. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см³. Осадок промывают 5—6 раз горячей водой и удаляют. Раствор доливают водой до метки и перемешивают (основной раствор).

От основного раствора отбирают аликвотную часть 1—10 см³ в делительную воронку вместимостью 100—250 см³, приливают 10 см³ воды, аммиака до установления pH 3 по универсальной индикаторной бумаге, 5 см³ хлороформного раствора диэтилдитиокарбамата свинца и далее продолжают анализ, как указано в п. 2.3.2.

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

2.5. Обработка результата

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

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

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

V — объем основного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески графита, г.

2.5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,005% при массовой доле меди до 0,1% и 0,01% при массовой доле меди более 0,1%.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ С ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТОМ НАТРИЯ В ЧЕТЫРЕХХЛОРИСТОМ УГЛЕРОДЕ

3.1. Сущность метода

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

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектрокалориметр по ГОСТ 12083.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор концентрации 1 г/дм³; хранят в склянке из темного стекла не более 3 сут.

Натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280, раствор концентрации 100 г/дм³.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Тимоловый синий, раствор концентрации 1 г/дм³ в растворе этилового спирта, разбавленного 1 : 4.

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.

Медь серноокислая по ГОСТ 4165.

Стандартные растворы меди по п. 2.2.

3.3. Подготовка к анализу

Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью 100—250 см³ отмеривают бюреткой 0; 1; 2; 3; 4; 6; 8; 10 и 12 см³ стандартного раствора Б. В каждую воронку приливают по 10—15 см³ воды, по 2 см³ раствора 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 раствора диэтилдитиокарбамата натрия и перемешивают. Через 10 мин прибавляют по 10 см³ четыреххлористого углерода, закрывают воронку пробкой и встряхивают в течение 1—2 мин. Раствор отстаивают 5 мин и сливают слой экстрагента в мерную колбу вместимостью 50 см³. Экстрагирование повторяют и сливают слой экстрагента в ту же мерную колбу, доливают четыреххлористым углеродом до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектрокалориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 400—450 нм, в кювете с толщиной слоя раствора 10—50 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий меди. Градуировочный график строят по ГОСТ 17818.0.

3.4. Проведение анализа

От основного раствора, полученного по п. 2.4, отбирают аликвотную часть раствора 1—10 см³ в делительную воронку вместимостью 100—250 см³, приливают 10—15 см³ воды, 2 см³ лимоннокислого натрия, 2 см³ трилона Б и встряхивают. Затем добавляют 3—4 капли тимолового синего и по каплям раствор аммиака до изменения окраски раствора из розовой в желтую и 2 см³ в избыток (рН 9—9,5). Приливают 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и далее продолжают анализ, как указано в п. 3.3.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

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

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю меди (X_{Cu}) в процентах вычисляют по п. 2.5.1.

3.5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений — по п. 2.5.2.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Концерном «Союзминерал»****РАЗРАБОТЧИКИ**

И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы),
А. М. Набойщикова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 685**3. ВЗАМЕН ГОСТ 17818.10—75****4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 1027—67	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2; 3.2
ГОСТ 4165—78	2.2; 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2
ГОСТ 8864—71	2.2; 3.2
ГОСТ 10652—73	3.2
ГОСТ 12083—78	2.2; 3.2
ГОСТ 17818.0—90	1; 2.3.2; 3.3
ГОСТ 18300—87	3.2
ГОСТ 20288—74	3.2
ГОСТ 22280—76	3.2