

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

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, графитодержащих 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 pH 3 по универсальной индикаторной бумаге, по 5 см³ хлороформного раствора диэтилдитиокарбамата свинца, закрывают воронку пробкой и встряхивают в течение 1—2 мин. Раствор отстаивают 5 мин, затем сливают нижний слой экстрагента 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 фотозелектроколориметре, 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 ЧЕТЫРЕХХЛОРНОМ 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.

Натрий 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.