

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 установленс 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 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74;
  - бюретки вместимостью 25 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292—74;
  - пилетки вместимостью 2 и 25 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292—74;

микробюретки вместимостью 2 и 5 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292—74;  
цилиндр мерный вместимостью 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74;  
стаканы вместимостью 150 и 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82;  
воронки делительные вместимостью 100 или 250 см<sup>3</sup> 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 10<sup>0</sup>/<sub>10</sub>;

соль динатриевую этилендиамина-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, двухводную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с массовой долей 10<sup>0</sup>/<sub>10</sub>;

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 0,1<sup>0</sup>/<sub>10</sub> 1:3 по ГОСТ 4919.1—77);

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации  $C = 0,0005$  моль/дм<sup>3</sup>;

медь сернистую по ГОСТ 4165—78;

стандартные растворы меди:

раствор А, содержащий 1 мг меди в 1 см<sup>3</sup>, готовят по ГОСТ 4212—76;

раствор Б, содержащий 0,01 мг меди в 1 см<sup>3</sup>, готовят следующим образом: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки раствором серной кислоты концентрации  $C = 0,0005$  моль/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> или 250 см<sup>3</sup> последовательно вливают пипеткой по 25 см<sup>3</sup> воды и микробюреткой вносят соответственно 0,25; 0,50; 1,00; 1,50; 2,00 и 2,50 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> лимоннокислого натрия трехзамещенного, по 2 см<sup>3</sup> 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  $1 \text{ см}^3$  разбавленного аммиака (рН 9,0—9,5). Приливают по  $2 \text{ см}^3$  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  $10 \text{ см}^3$  четыреххлористого углерода, закрывают воронки пробкой и встряхивают в течение 1—2 мин.

Растворы отстаивают 5 мин и сливают слой экстракта в мерную колбу вместимостью  $25 \text{ см}^3$ . 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  $25 \text{ см}^3$  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  $25 \text{ см}^3$  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  $250 \text{ см}^3$  и растворяют в соляной кислоте (1:1), приливая ее по частям, пока не прекратится выделение углекислого газа и еще избыток 2—3  $\text{см}^3$ . 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  $100 \text{ см}^3$ . Объем раствора в колбе доливают водой до метки, перемешивают и фильтруют через фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

В делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 25 см<sup>3</sup> фильтрата, добавляют по 2 см<sup>3</sup> растворов трехзамещенного лимоннокислого натрия и трилона Б и встряхивают. При необходимости корректируют рН раствором аммиака (1:1) и приливают 2 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата натрия, раствор встряхивают и оставляют на 10 мин. После этого в делительную воронку приливают 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup>. Из полученного раствора отбирают пипеткой 25 см<sup>3</sup> раствора в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют в таком же объеме и в той же последовательности все реактивы и четыреххлористый углерод, встряхивают и собирают экстракт в колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, 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, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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
+ 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

4  
2  
2  
4  
4

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