МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА

Издание официальное

БЗ 11—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.343-15:546.77.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

Метод определения молибдена

ГОСТ 15934.3—80

Copper concentrates.
Method for determination of molybdenum

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.81

Настоящий стандарт распространяется на медные концентраты всех марок и устанавливает фотоколориметрический метод определения массовой доли молибдена от 0,001 до 0,7 %.

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения молибдена (*V*) с роданидом после предварительного отделения молибдена от примесей спеканием навески концентрата со смесью углекислого калия, углекислого натрия и оксида цинка и последующего выщелачивания спека водой или кислотным разложением материала навески.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 2082.0 и ГОСТ 26100.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 1:99.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 100 г/дм^3.

Калий углекислый по ГОСТ 4221.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор 250 г/дм^3.

Молибден.

Стандартные растворы молибдена:

раствор А; 0,100 г молибдена растворяют в 10 см^3 разбавленной 1:1 азотной кислоты, приливают 20 см^3 разбавленной 1:1 серной кислоты и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. После охлаждения к раствору приливают 5 см^3 воды и выпаривание повторяют. Остаток охлаждают, приливают 10—20 см^3 разбавленной 1:1 серной кислоты, переносят содержимое в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки той же кислотой и перемешивают. 1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг молибдена;

раствор Б; пипеткой отбирают 10 см^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки разбавленной 1:1 серной кислотой. 1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг молибдена.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 50 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор 20 г/дм^3, подкисленный 5—7 каплями серной кислоты.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 10 г/дм³.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, раствор 30 г/дм³.

Смесь для спекания: углекислый натрий и углекислый калий хорошо перемешивают в соотношении 1:1. Полученную смесь смешивают с оксидом цинка в соотношении 3:2.

Цинка оксид по ГОСТ 10262.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеска медного концентрата и объем аликвотной части раствора в зависимости от массовой доли молибдена указаны в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля молибдена, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см³
До 0,01	1	25
Св. 0,01 » 0,04	1	20
» 0,04 » 0,08	0,5	20
» 0,08 » 0,15	0,5	10
» 0,15 » 0,3	0,25	10
» 0,3 » 0,7	0,25	5

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Навеску концентрата помещают в фарфоровый глазурованный тигель, на дне которого находится 0,5 г смеси для спекания. Туда же прибавляют еще смесь для спекания (в десятикратном количестве по отношению к навеске), тщательно перемешивают стеклянной палочкой и сверху присыпают 0,5 г той же смеси.

Тигель помещают в муфель, постепенно повышают температуру до 700—750 °С и выдерживают 2 ч. Затем тигель вынимают из муфеля, охлаждают, помещают в стакан вместимостью 250 см³, наливают 50—70 см³ воды и кипятят до отделения спека от тигля.

Затем тигель вынимают, обмывают горячей водой и кипятят содержимое стакана в течение 30 мин. Нерастворимый остаток отфильтровывают на двойной плотный фильтр и промывают горячим раствором углекислого натрия. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доводят до метки раствором углекислого натрия, перемешивают и снова фильтруют через сухой плотный фильтр, собирая фильтрат в сухую колбу.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2а. При кислотном разложении навеску медного концентрата массой 1—2 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 30—50 см³ смеси соляной и азотной кислот 1:3 и выпаривают раствор при нагревании до объема 3—5 см³. Добавляют 10—15 см³ раствора серной кислоты (1:1) и упаривают до выделения паров серной кислоты. Охлаждают, обмывают стенки стакана водой и снова выпаривают до выделения паров серной кислоты.

После охлаждения приливают 40—50 см³ воды и кипятят до растворения сульфатов. Охлаждают, фильтруют через сухой фильтр средней плотности и промывают 5—7 раз раствором серной кислоты 1:99. Фильтр с осадком отбрасывают. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 100 или 200 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.2б. Аликвотную часть в соответствии с табл. 1 раствора, полученного по п. 3.2, нейтрализуют раствором серной кислоты (1:1) по лакмусовой бумаге и добавляют еще 20 см³ раствора серной кислоты (1:1). Аликвотную часть раствора, полученного по п. 3.2а, нейтрализуют раствором гидроксида натрия по лакмусовой бумаге, затем добавляют 20 см³ раствора серной кислоты (1:1) и приливают 2—3 см³ раствора лимонной кислоты.

Нейтрализованную аликвотную часть раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 2,5 см³ раствора винной кислоты, 0,5 см³ раствора сернокислой меди и 15 см³ раствора тиомочевины, перемешивают и оставляют на 10 мин. Затем приливают 5 см³ раствора роданистого аммония, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя

светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 470 нм и кювету с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

Массу молибдена устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Для построения градуировочного графика в четыре мерные колбы вместимостью по 100 см^3 микробюреткой отмеривают 1, 3, 6 и 9 см^3 стандартного раствора Б. Пятая колба служит для проведения контрольного опыта.

Растворы нейтрализуют раствором гидроксида натрия (по лакмусовой бумаге), затем добавляют по 20 см^3 разбавленной 1:1 серной кислоты. Растворы охлаждают, приливают по 2,5 см^3 раствора винной кислоты, по 0,5 см^3 раствора сернокислой меди и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.2.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю молибдена (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

V — объем мерной колбы, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески концентрата, г.

4.2. Максимальные расхождения между результатами параллельных определений и двумя результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости (d_n) и воспроизводимости (D), приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля молибдена, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений d_n	анализов D
От 0,001 до 0,002 включ.	0,0007	0,0009
Св. 0,002 » 0,004 »	0,001	0,002
» 0,004 » 0,008 »	0,002	0,003
» 0,008 » 0,016 »	0,004	0,006
» 0,016 » 0,030 »	0,006	0,009
» 0,03 » 0,06 »	0,01	0,02
» 0,06 » 0,12 »	0,02	0,04
» 0,12 » 0,24 »	0,04	0,06
» 0,24 » 0,50 »	0,06	0,08
» 0,50 » 1,00 »	0,08	0,10

4.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют в соответствии с ГОСТ 27329 не реже одного раза в квартал.

4.2, 4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Ю.Н. Семавин, Э.Н. Гадзалов, Э.Б. Маковская, И.И. Лебедь

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.04.80 № 1981**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 15934.3—70**

4. **Стандарт полностью унифицирован с УСТ 2077—78**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83—79	2
ГОСТ 2082.0—81	1.2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3652—69	2
ГОСТ 4165—78	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4221—76	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 5817—77	2
ГОСТ 6344—73	2
ГОСТ 10262—73	2
ГОСТ 26100—84	2
ГОСТ 27067—86	2
ГОСТ 27329—87	1.1; 4.3

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1985 г., марте 1990 г. (ИУС 7—85, 6—90)**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 26.04.99. Подписано в печать 28.05.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,45.
Тираж 114 экз. С 2907. Зак. 458.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru