УДК 622.346.2-15:546.56.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

Методы определения меди

Molibdenum concentrates.
Method for determination
of copper content

ГОСТ 2082.8—81

Взамен
ГОСТ 2082.8—71

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1196 срок действия установлен

с 01.01. 1982 г.
до 01.07. 1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на молибденовые концентраты и устанавливает фотоколориметрический, полярографический и атомно-абсорбционный методы определения меди.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2082.0—81.

2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД
(при содержании меди в концентрате от 0,005 до 0,06 %)

Метод основан на образовании комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия с последующей экстракцией четыреххлористым углеродом и его фотометрировании.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр любого типа.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и 5 н. раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1 и 1:99.

Кислота винная (виннокаменная кислота) по ГОСТ 5817—77, раствор 200 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, свежеприготовленный раствор 10 г/дм³. Перед употреблением раствор фильтруют.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74, перегнанный при температуре кипения 77 °С.

Трилон Б комплексон, двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты по ГОСТ 10652—73, 0,1 М раствор; готовят следующим образом: 37,2 г трилона Б растворяют в 800 см³ воды и доливают водой до 1000 см³.

Медь по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди:

раствор А; готовят следующим образом: 0,500 г меди помещают в стакан вместимостью 200—250 см³, приливают 20 см³ разбавленной 1:1 азотной кислоты и нагревают. Раствор разбавляют водой до 10 см³, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,5 мг меди;

раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают 100 см³ воды, 2,5 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг меди.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Масса навески концентрата, вместимость мерной колбы и объем аликвотной части колориметрируемого раствора в зависимости от содержания меди указаны в табл. 1.

Таблица 1

Содержание меди, %	Масса навески концентрата, г	Вместимость мерной колбы, см³	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,005 до 0,007 включ.	1	50	20
Св. 0,007 » 0,014 »	0,5	50	20
» 0,014 » 0,06 »	0,5	100	10

2.2.2. Навеску концентрата помещают в колбу вместимостью 250 см³, приливают 15—30 см³ азотной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают до удаления окислов азота, затем приливают 5—10 см³ соляной кислоты и продолжают нагревание до прекращения выделения окислов азота. Далее стекло снимают, обмывают водой над колбой, раствор упаривают до 5—7 см³, приливают 15 см³ серной кислоты и снова выпаривают до появления густых паров серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки колбы обмывают 5—7 см³ воды и снова упаривают до появления густых паров серной кислоты. К сернокислому остатку приливают 20 см³ воды, кипятят до растворения солей, затем ра-

створ охлаждают и фильтруют через фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 1. Колбу и фильтр промывают разбавленной 1:99 серной кислотой, собирая промывные воды в ту же колбу, затем доливают раствор до метки водой и перемешивают.

В делительную воронку вместимостью 100 см³ приливают 20 см³ винной кислоты, пипеткой отбирают аликвотную часть раствора в объеме, указанном в табл. 1, и приливают воду до объема раствора 50 см³. К содержимому воронки приливают 3 см³ раствора трилона Б и небольшими порциями аммиак до изменения лакмусовой бумажки в синий цвет и в избыток еще 3 см³. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, перемешивают и оставляют на 5 мин. Затем к раствору приливают 10 см³ четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 2 мин. После расслаивания жидкостей органический слой переливают в другую делительную воронку и промывают 20—30 см³ 5 н. раствора соляной кислоты. Далее органический слой фильтруют через фильтр средней плотности в сухие мерные колбы вместимостью 25 см³. Экстракцию повторяют с 10 см³ четыреххлористого углерода, затем экстракт так же фильтруют в ту же колбу. Доливают до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают.

Оптическую плотность экстракта измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 413 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит четыреххлористый углерод. Содержание меди в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

2.2.5. Для построения градуировочного графика в шесть делительных воронок вместимостью по 100 см³, содержащих по 20 см³ раствора винной кислоты, микробюреткой отмеривают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора Б. Во все воронки приливают воду до объема раствора 50 см³ и далее анализ продолжают, как указано в п. 2.2.2.

Раствором сравнения служит четыреххлористый углерод.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим содержаниям меди строят градуировочный график.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

V — объем испытуемого раствора в мерной колбе, см³;

m — масса навески концентрата, г;

V_1 — объем аликвотной части испытуемого раствора, взятый для колориметрирования, см³;

1000 — коэффициент пересчета граммов в миллиграммы.

2.3.2. Расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,005 до 0,01	0,001
Св. 0,01 » 0,02	0,002
» 0,02 » 0,04	0,004
» 0,04 » 0,06	0,01

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД
(при содержании меди в концентратах от 0,05 до 2,5 %)

Метод основан на полярографическом определении меди в присутствии молибдена на фоне сульфидно-аммиачного раствора.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф с наложением постоянного напряжения с ртутными электродами (катод—ртутный капельный, анод—донная ртуть) или полярограф осциллографический типа ПО-5122 или переменно токовый типа ППТ-1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) 7-водный по ГОСТ 429—76.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Клей столярный, раствор 10 г/дм³; готовят следующим образом: 1 г столярного клея помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 40—50 см³ горячей воды и кипятят, периодически перемешивая стеклянной палочкой, до полного растворения клея. Раствор охлаждают, доливают водой до 100 см³ и перемешивают.

Полярографический фон; готовят следующим образом: к 100 г хлористого аммония прибавляют 100 г сернистокислого натрия, приливают 250 см³ раствора аммиака, 50 см³ клея и доливают водой до 1000 см³. Тщательно перемешивают.

Медь не ниже марки Моб по ГОСТ 859—78.

Стандартный раствор меди; готовят следующим образом: 1,000 г меди растворяют в 10 см³ разбавленной 1:1 азотной кислоты. Нагревают до прекращения выделения окислов азота. Затем

приливают 10 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и выпаривают раствор до выделения густых паров серной кислоты, охлаждают, приливают 5 см³ воды и повторяют выпаривание. К остатку приливают 100 см³ воды, нагревают до растворения солей, охлаждают. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг меди.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навески концентрата и объемы приливаемых азотной и соляной кислот в зависимости от содержания меди указаны в табл. 3.

Таблица 3

Содержание меди, %	Масса навески концентрата, г	Объем кислоты, см³	
		азотной	соляной
От 0,06 до 0,1 включ.	1	30	10
Св. 0,1 » 1	0,5	15	5
» 1 » 2,5	0,25	15	5

3.2.2. Навеску концентрата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают азотную кислоту в объеме, указанном в табл. 2, накрывают часовым стеклом и кипятят до удаления окислов азота. Часовое стекло снимают, приливают соляную кислоту в объеме, указанном в табл. 2, и выпаривают до объема 5—7 см³. Раствор охлаждают, приливают 5 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и продолжают нагревание до выделения густых паров серной кислоты в течение 3—5 мин. К горячему раствору приливают по каплям 2—3 см³ азотной кислоты и продолжают нагревание до появления паров серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки колбы обмывают 5—7 см³ воды и еще раз нагревают до выделения паров серной кислоты. К сернокислому остатку приливают 30 см³ воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, приливают раствор аммиака до начала выпадения гидроокисей, затем 40 см³ фона, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой. Через 15 мин полярографируют медь в интервале потенциалов от минус 0,1 до минус 0,5 В по отношению к донной ртути $E_1/2\,Cu = -0{,}3$ В.

3.2.3. Для приготовления стандартных растворов меди в шесть мерных колб вместимостью 100 см³ микробюреткой отмеривают 0,5; 2,0; 4,0; 10; 20; 30 см³ стандартного раствора меди, что соответствует концентрациям 5, 20, 40, 100, 200, 300 мг/дм³, приливают по 5 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты. Растворы нейтрализуют аммиаком по универсальной бумаге и приливают 40 см³ ра-

створа фона, доливают водой до метки, перемешивают и полярографируют, как указано в п. 3.2.2.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю меди (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot H \cdot V \cdot 100}{m \cdot H_1 \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где C — концентрация меди в стандартном растворе, мг/дм³;

H — высота волны меди в испытуемом растворе, мм;

m — масса навески концентрата, г;

H_1 — высота волны меди в стандартном растворе, мм;

V — объем испытуемого раствора, см³.

3.3.2. Расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля меди, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,05 до 0,08	0,01
Св. 0,08 » 0,15	0,02
» 0,15 » 0,3	0,04
» 0,3 » 0,6	0,06
» 0,6 » 1,5	0,10
» 1,5 » 2,5	0,15

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

(при содержании меди в концентрате от 0,05 до 2,5 %)

Метод основан на измерении поглощения аналитической линии меди 324,7 нм при введении анализируемых и стандартных растворов в воздушно-пропан-бутановое пламя.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:2.

Медь не ниже марки Моб по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди:

раствор А; готовят следующим образом: 1,000 г меди помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 20—25 см³ разбавленной 1:1 азотной кислоты. Раствор выпаривают до 3—5 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают до указанного объема. Выпаривание с соляной кислотой повторяют дважды. После охлаждения к остатку прили-

вают 50 см³ соляной кислоты, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг меди;

раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг меди.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску молибденового концентрата массой 0,5 г при содержании меди более 1,4 % и 1 г при содержании меди до 0,7 % помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10—15 см³ царской водки (1 часть азотной кислоты и 3 части соляной кислоты). Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 5 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают до указанного состояния. Выпаривание с соляной кислотой повторяют дважды. К остатку приливают 20 см³ воды, 10 см³ соляной кислоты и нагревают содержимое колбы до кипения. Затем раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой, перемешивают и фотометрируют по аналитической линии меди, равной 324,7 нм. Содержание меди в фотометрируемом растворе определяют по градуировочному графику, построенному по эталонным растворам.

4.2.2. Для построения градуировочного графика в девять мерных колб вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 2,5; 5,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б и 2,0; 3,0; 5,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 2,5; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 50,0; 80,0 и 100,0 мг/дм³ меди. В каждую колбу приливают по 10 см³ соляной кислоты, доливают до метки водой, перемешивают и фотометрируют, как указано в п. 4.2.1.

4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массовую долю меди (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где C — количество меди, найденное по градуировочному графику, мг/дм³;

V — объем испытуемого раствора, см³;

m — масса навески концентрата, г.

4.3.2. Расхождение между результатами параллельных определений — по п. 3.3.2.

Изменение № 1 ГОСТ 2082.8—81 Концентраты молибденовые. Методы определения меди

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.86 № 3887 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1741.

(Продолжение см. с. 60)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.8—81)

Пункт 2.1. Третий абзац. Заменить слова: «5 н. раствор» на «раствор 5 моль/дм³»;

девятый абзац. Заменить слова: «0,1 М раствор» на «раствор 0,1 моль/дм³».

(ИУС № 3 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2082.8—81 Концентраты молибденовые. Методы определения меди

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 04.10.91 № 1594

Дата введения 01.05.92

Разделы 2, 3. Наименования. Заменить слова: «при содержании» на «при массовой доле».

Пункты 2.2.1, 3.2.1, Таблицы 1, 3. Головка. Заменить слово: «содержание» на «массовая доля».

Пункт 2.3.2 изложить в новой редакции: «2.3.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости (D), приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ($d_{сх}$)	анализов (D)
От 0,005 до 0,010 включ.	0,001	0,002
Св. 0,010 » 0,020 »	0,002	0,003
» 0,020 » 0,040 »	0,004	0,006
» 0,040 » 0,060 »	0,010	0,016

(Продолжение см. с. 24)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.8—81)

Пункт 3.1. Заменить ссылку: ГОСТ 429—76 на ТУ 6—09—5313—87.

Пункт 3.3.2 изложить в новой редакции: «3.3.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости (D), приведенных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ($d_{сх}$)	анализов (D)
От 0,05 до 0,08 включ.	0,01	0,02
Св. 0,08 » 0,15 »	0,02	0,04
» 0,15 » 0,30 »	0,04	0,06
» 0,30 » 0,60 »	0,06	0,07
» 0,60 » 1,50 »	0,10	0,12
» 1,50 » 2,50 »	0,15	0,20

Раздел 4 (наименование), пункт 4.2.1. Заменить слова: «при содержании» на «при массовой доле» (3 раза).

(ИУС № 1 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru