МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Ф.М. Мумджи (руководитель темы), З.С. Септар, И.В. Мартынова, С.А. Балахнина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.10.78 № 2769**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 11891—66**

4. **Стандарт полностью унифицирован с УСТ 1892—77**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 213—83	Вводная часть	ГОСТ 3773—72	2.1
ГОСТ 859—78	2.1	ГОСТ 4461—77	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1	ГОСТ 11884.15—82	1.2; 1.3
ГОСТ 3760—79	2.1	ГОСТ 27329—87	1.1

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1983 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—84, 4—90)**

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 03.08.99. Подписано в печать 09.09.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,40.
Тираж 118 экз. С3614. Зак. 757.

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

УДК 622.346.3-15:546.56.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

Метод определения меди

ГОСТ
11884.8—78

Tungsten concentrate.
Method of determination of copper

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты всех марок, предусмотренных ГОСТ 213, и устанавливает полярографический метод определения содержания меди при массовой доле ее от 0,01 до 0,5 %.

Метод основан на полярографическом определении меди на хлоридно-аммиачном фоне в фильтрате после отделения вольфрама в виде вольфрамовой кислоты.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Требования безопасности — по ГОСТ 11884.15.

1.3. Контроль правильности результатов анализа — по ГОСТ 11884.15.

1.4. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

полярограф осциллографический типа ПО-5122 или переменного тока типа ППТ-1;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1;

кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную 1:1;

аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 %;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773;

натрий сернистокислый кристаллический;

хлоридно-аммиачный фон, приготовленный следующим образом: 100 г кристаллического сернистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в 500 $см^3$ воды, приливают 250 $см^3$ аммиака, переливают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доливают водой до метки;

медь марки М0 по ГОСТ 859;

стандартные растворы меди:

раствор А, приготовленный следующим образом: 1 г меди растворяют в 15 $см^3$ азотной кислоты, приливают 20 $см^3$ соляной кислоты и выпаривают досуха. Операцию выпаривания раствора повторяют еще раз, прибавив 5 $см^3$ соляной кислоты. К остатку от выпаривания прибавляют 20 $см^3$ соляной кислоты и нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доливают водой до метки.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг меди;

раствор Б, приготовленный следующим образом: 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 5 $см^3$ соляной кислоты и доливают водой до метки.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг меди;

стандартные растворы меди для полярографирования готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью 50 см³ отмеривают 1,0; 2,0; 3,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, приливают 20 см³ хлоридно-аммиачного фона, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация меди в стандартных растворах соответственно равна 2, 4, 6 и 10 мкг/см³.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 1 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 40 см³ соляной кислоты и слабо нагревают до устранения запаха сероводорода. К раствору приливают 15 см³ азотной кислоты и выпаривают содержимое стакана до влажного остатка. Выпаривание повторяют дважды, прибавляя каждый раз по 5 см³ соляной кислоты. К влажному остатку от выпаривания приливают 10 см³ соляной кислоты, 10 см³ воды и нагревают до растворения солей. Осадок вольфрамовой кислоты отфильтровывают на фильтр с синей лентой, уплотненный фильтробумажной массой, и осадок на фильтре промывают 4—5 раз горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 50 см³. После охлаждения до комнатной температуры раствор доливают до метки водой и перемешивают. Отбирают пипеткой аликвотную часть раствора объемом 25 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ (для концентратов с массовой долей меди 0,01 % анализ ведут со всего объема). Раствор нейтрализуют аммиаком до появления осадка, охлаждают и доливают до метки хлоридно-аммиачным фоном. Отстоявшийся раствор сливают в электролизер и полярографируют в интервале потенциалов от 0 до минус 0,7 В относительно донной ртути.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{C \cdot H_1 \cdot V \cdot V_1 \cdot 100}{H_2 \cdot m \cdot V_2 \cdot 1000000},$$

где C — концентрация меди в стандартном растворе для полярографирования, мкг/см³;

H_1 — высота пика меди, полученная при полярографировании анализируемого раствора, мм;

V — объем анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем разбавления, см³;

H_2 — высота пика меди, полученная при полярографировании стандартного раствора, мм;

m — масса навески концентрата, г;

V_2 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см³;

1000000 — коэффициент пересчета граммов на микрограммы.

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 ($d_{сх}$) и воспроизводимости ($d_{вс}$), приведенных в таблице.

Массовая доля меди, %	Допускаемое расхождение, абс. %	
	$d_{сх}$	$d_{вс}$
От 0,010 до 0,020 включ.	0,004	0,005
Св. 0,020 » 0,050 »	0,008	0,010
» 0,05 » 0,10 »	0,02	0,03
» 0,10 » 0,25 »	0,03	0,05
» 0,25 » 0,50 »	0,04	0,06

(Измененная редакция, Изм. № 2).

gost.e-ecolog.ru