УДК 622.34—15.001.4:006.354

Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТ ВИСМУТОВЫЙ

Методы определения меди

Bismuth concentrate
Methods for determination of copper

ГОСТ
28407.3—89

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на висмутовые концентраты всех марок и устанавливает полярографический и иодометрический методы определения массовой доли меди от 0,2 до 15%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28407.0.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ МЕДИ ОТ 0,2 ДО 2%)

Метод основан на полярографическом определении меди на хлоридно-аммиачном фоне при потенциале полуволны минус 0,52 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

2.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Полярограф.
Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1 : 1.
Кислота соляная по ГОСТ 3118.
Аммиак водный по ГОСТ 3760.
Натрий сернистокислый по ГОСТ 195, насыщенный раствор.
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.
Аммоний фтористый по ГОСТ 4518.
Желатина пищевая по ГОСТ 11293, раствор с массовой долей 0,25%.
Медь марки М0 по ГОСТ 859.

gost.e-ecolog.ru

Стандартный раствор меди: 1,0000 г меди помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ и растворяют при нагревании в 20—25 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. Раствор выпаривают до объема 3—5 $см^3$, приливают 10 $см^3$ соляной кислоты и вновь выпаривают до указанного объема. Выпаривание с соляной кислотой повторяют еще два раза. После охлаждения к влажному остатку приливают 50 $см^3$ соляной кислоты, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 $см^3$ раствора содержит 1 мг меди.

Электролит фоновый: в бутыль вместимостью 10 $дм^3$ помещают 500 г хлористого аммония, приливают около 3 $дм^3$ воды, 200 $см^3$ раствора желатины, 1 $дм^3$ аммиака, разбавляют водой до 5 $дм^3$ и перемешивают. При использовании полярографа переменного тока желатину в фоновый электролит не добавляют.

Растворы сравнения меди готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ отбирают пипеткой 0,5; 1,0; 2,5; 4,0 $см^3$ стандартного раствора меди, приливают 5 $см^3$ соляной кислоты, до 20 $см^3$ воды, около 50 $см^3$ фонового электролита, 10 $см^3$ раствора сернистокислого натрия, доливают фоновым электролитом до метки и перемешивают. Растворы содержат 5, 10, 25 и 40 мг/$дм^3$ меди соответственно. При необходимости могут быть приготовлены растворы с промежуточными концентрациями меди.

2.2. **Проведение анализа**

Навеску висмутового концентрата массой 0,2000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, прибавляют около 0,2 г фтористого аммония, 5 $см^3$ азотной кислоты, нагревают и выпаривают до влажного остатка. Приливают 5 $см^3$ соляной кислоты и вновь выпаривают почти досуха. Выпаривание с 5 $см^3$ соляной кислоты повторяют еще два раза. К остатку приливают 5 $см^3$ соляной кислоты, 15 $см^3$ воды, нагревают до кипения. В горячий раствор добавляют при энергичном перемешивании около 50 $см^3$ фонового электролита, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 10 $см^3$ раствора сернистокислого натрия, доливают фоновым электролитом до метки и перемешивают.

Часть раствора без осадка заливают в электролизер и полярографируют медь при потенциале полуволны (пика) около минус 0,52 В относительно насыщенного каломельного электрода.

В аналогичных условиях проводят полярографирование растворов сравнения меди.

С целью уменьшения погрешности анализа выбирают такие растворы сравнения, чтобы высоты волн (пиков) меди в них в пределах 0—8% совпадали с высотами волн (пиков) меди в анализируемых растворах.

2.3. **Обработка результатов**

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

$$X = \frac{H \cdot V \cdot 100}{K \cdot m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где H — высота волны меди в растворе пробы, мм;

V — *вместимость мерной колбы для разбавления, см*^{3};

K — среднее отношение высот волн меди в растворе сравнения к концентрациям этих же растворов, мм·дм^3/мг;

m — масса навески пробы, г.

2.3.2. Разность между результатами параллельных определений и двух анализов не должна превышать значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализов
От 0,20 до 0,40 включ.	0,03	0,04
Св. 0,40 » 0,60 »	0,04	0,06
» 0,60 » 0,80 »	0,06	0,08
» 0,80 » 1,00 »	0,07	0,09
» 1,00 » 2,00 »	0,08	0,10

2.3.3. Контроль правильности результатов анализа — по ГОСТ 28407.0.

3. ИОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ МЕДИ ОТ 1 *до* 15 %)

Метод основан на реакции восстановления двухвалентной меди до одновалентной иодидом калия; выделившийся иод титруют раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала как индикатора.

3.1. **Реактивы и растворы**

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Бром по ГОСТ 4109.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1.

Аммоний фтористый кислый по ГОСТ 9546.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Натрий тетраборнокислый, 10-водный по ГОСТ 4199.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5%.

Медь марки М0 по ГОСТ 859.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, растворы 0,025 и 0,05 моль/дм³ (0,025 и 0,05 М): 6,2 и 12,4 г соли соответственно растворяют в воде, разбавляют водой до объема 1 дм³ и перемешивают. Для повышения стабильности на каждый 1 дм³ раствора прибавляют по 2,5 г тетраборнокислого натрия, 0,2 г углекислого натрия и 2,5 см³ хлороформа; перед использованием раствор выдерживают 6—8 дней. Титр растворов по меди устанавливают следующим образом: навески меди массой 0,0300 и 0,1000 г соответственно помещают в конические колбы вместимостью 250 см³, приливают 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и подогревают до полного растворения меди. Приливают 5 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха. Вновь приливают 5 см³ соляной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Прибавляют 20—25 см³ воды: раствор нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1 : 1, до синей окраски, охлаждают, добавляют 0,5—1 г кислого фтористого аммония и далее продолжают, как описано в п. 3.2.

Титр раствора тиосульфата натрия по меди (T) в г/см³ вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески меди, г;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³.

3.2. **Проведение анализа**

Навеску висмутового концентрата массой 0,5000 г помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 250 см³, смачивают водой, приливают 5 см³ азотной кислоты и несколько капель брома и оставляют на 5 мин. Раствор выпаривают почти досуха, приливают 5 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха. Выпаривание с 5 см³ соляной кислоты повторяют до влажного остатка. Приливают 20—25 см³ воды, нагревают до кипения, слегка охлаждают, затем нейтрализуют по каплям аммиаком, разбавленным 1 : 1, до выделения гидроксида железа, избегая избытка аммиака. Раствор не должен иметь запаха аммиака. Затем добавляют 0,5—1 г кислого фтористого аммония, перемешивают до полного растворения гидроксида железа, стенки колбы обмывают минимальным количеством воды. Раствор при этом становится

бесцветным или голубым. Прибавляют 0,5—1 г иодистого калия и титруют выделившийся иод 0,025 или 0,05 М растворами тиосульфата натрия (в зависимости от массовой доли меди) до светло-желтой окраски. Приливают 2—3 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до перехода окраски раствора из бледно-синей в бесцветную.

3.3. **Обработка результатов**

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

$$X_1 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где T — титр раствора тиосульфата натрия по меди, г/см³;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески пробы, г.

3.3.2. Разность между результатами параллельных определений и двух анализов не должна превышать допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализов
От 1,00 до 2,00 включ.	0,08	0,10
Св. 2,00 » 3,00 »	0,09	0,12
» 3,00 » 4,00 »	0,11	0,14
» 4,00 » 5,00 »	0,13	0,17
» 5,00 » 6,00 »	0,14	0,18
» 6,00 » 7,00 »	0,15	0,20
» 7,00 » 8,00 »	0,16	0,21
» 8,00 » 10,00 »	0,18	0,23
» 10,00 » 12,00 »	0,20	0,26
» 12,00 » 15,00 »	0,22	0,29

3.3.3. Контроль правильности результатов анализа — по ГОСТ 28407.0.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

Л. Е. Вохрышева, канд. хим. наук; **Н. Р. Байгабулова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 25.12.89 № 4091**

3. **Срок первой проверки — 1995 г.**
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ОСТ 48—136.3—78**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	3.1
ГОСТ 195—77	2.1
ГОСТ 859—78	2.1, 3.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1
ГОСТ 3760—79	2.1, 3.1
ГОСТ 3773—72	2.1
ГОСТ 4109—79	3.1
ГОСТ 4199—76	3.1
ГОСТ 4204—77	3.1
ГОСТ 4232—74	3.1
ГОСТ 4461—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4518—75	2.1
ГОСТ 9546—75	3.1
ГОСТ 10163—76	3.1
ГОСТ 11293—78	2.1
ГОСТ 20015—74	3.1
ГОСТ 27068—86	3.1

gost.e-ecolog.ru