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 М0б 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/дм$^3$;

$H$ — 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, см$^3$.

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 см$^3$ и растворяют при нагревании в 20—25 см$^3$ разбавленной 1:1 азотной кислоты. Раствор выпаривают до 3—5 см$^3$, приливают 10 см$^3$ 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/дм$^3$»;

девятый абзац. Заменить слова: «0,1 М раствор» на «раствор 0,1 моль/дм$^3$».

(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