

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА

Издание официальное

БЗ 11—98

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ****Метод определения молибдена**

Copper concentrates.
Method for determination of molybdenum

ГОСТ
15934.3—80

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/дм³.

Калий углекислый по ГОСТ 4221.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор 250 г/дм³.

Молибден.

Стандартные растворы молибдена:

раствор А; 0,100 г молибдена растворяют в 10 см³ разбавленной 1:1 азотной кислоты, приливают 20 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. После охлаждения к раствору приливают 5 см³ воды и выпаривание повторяют. Остаток охлаждают, приливают 10—20 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты, переносят содержимое в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки той же кислотой и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,1 мг молибдена;

раствор Б; пипеткой отбирают 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки разбавленной 1:1 серной кислотой. 1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг молибдена.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 50 г/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор 20 г/дм³, подкисленный 5—7 каплями серной кислоты.

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.

Т а б л и ц а 1

Массовая доля молибдена, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см ³
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 см³ микробюреткой отмеривают 1, 3, 6 и 9 см³ стандартного раствора Б. Пятая колба служит для проведения контрольного опыта.

Растворы нейтрализуют раствором гидроксида натрия (по лакмусовой бумаге), затем добавляют по 20 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты. Растворы охлаждают, приливают по 2,5 см³ раствора винной кислоты, по 0,5 см³ 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, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

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.

Т а б л и ц а 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