

## 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

*УД 01.07.92  
ИМ 3-81*

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<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, свежеприготовленный раствор 10 г/дм<sup>3</sup>. Перед употреблением раствор фильтруют.

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

Трилон Б комплексон, двунариевая соль этилендиаминатетрауксусной кислоты по ГОСТ 10652—73, 0,1 М раствор; готовят следующим образом: 37,2 г трилона Б растворяют в 800 см<sup>3</sup> воды и доливают водой до 1000 см<sup>3</sup>.

Медь по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди:

раствор А; готовят следующим образом: 0,500 г меди помещают в стакан вместимостью 200—250 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 азотной кислоты и нагревают. Раствор разбавляют водой до 10 см<sup>3</sup>, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,5 мг меди;

раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, 2,5 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 серной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг меди.

## 2.2. Проведение анализа

2.2.1. Массу 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, см <sup>3</sup>	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>
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 см<sup>3</sup>, приливают 15—30 см<sup>3</sup> азотной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают до удаления окислов азота, затем приливают 5—10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и продолжают нагревание до прекращения выделения окислов азота. Далее стекло снимают, обмывают водой над колбой, раствор упаривают до 5—7 см<sup>3</sup>, приливают 15 см<sup>3</sup> серной кислоты и снова выпаривают до появления густых паров серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки колбы обмывают 5—7 см<sup>3</sup> воды и снова упаривают до появления густых паров серной кислоты. К серноокислому остатку приливают 20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> приливают 20 см<sup>3</sup> винной кислоты, пипеткой отбирают аликвотную часть раствора в объеме, указанном в табл. 1, и приливают воду до объема раствора 50 см<sup>3</sup>. К содержимому воронки приливают 3 см<sup>3</sup> раствора трилона Б и небольшими порциями аммиак до изменения лакмусовой бумажки в синий цвет и в избыток еще 3 см<sup>3</sup>. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 2 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата натрия, перемешивают и оставляют на 5 мин. Затем к раствору приливают 10 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 2 мин. После расслаивания жидкостей органический слой переливают в другую делительную воронку и промывают 20—30 см<sup>3</sup> 5 н. раствора соляной кислоты. Далее органический слой фильтруют через фильтр средней плотности в сухие мерные колбы вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Экстракцию повторяют с 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, содержащих по 20 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, микробюреткой отмеривают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б. Во все воронки приливают воду до объема раствора 50 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;  
 $m$  — масса навески концентрата, г;

$V_1$  — объем аликвотной части испытуемого раствора, взятый для колориметрирования, см<sup>3</sup>;

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 переменного 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/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 1 г столярного клея помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>, приливают 40—50 см<sup>3</sup> горячей воды и кипятят, периодически перемешивая стеклянной палочкой, до полного растворения клея. Раствор охлаждают, доливают водой до 100 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Полярографический фон; готовят следующим образом: к 100 г хлористого аммония прибавляют 100 г сернистокислого натрия, приливают 250 см<sup>3</sup> раствора аммиака, 50 см<sup>3</sup> клея и доливают водой до 1000 см<sup>3</sup>. Тщательно перемешивают.

Медь не ниже марки Моб по ГОСТ 859—78.

Стандартный раствор меди; готовят следующим образом: 1,000 г меди растворяют в 10 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 азотной кислоты. Нагревают до прекращения выделения окислов азота. Затем

приливают 10 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 серной кислоты и выпаривают раствор до выделения густых паров серной кислоты, охлаждают, приливают 5 см<sup>3</sup> воды и повторяют выпаривание. К остатку приливают 100 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей, охлаждают. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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, см <sup>3</sup>	
		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 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>. Раствор охлаждают, приливают 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> азотной кислоты и продолжают нагревание до появления паров серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки колбы обмывают 5—7 см<sup>3</sup> воды и еще раз нагревают до выделения паров серной кислоты. К сернокислому остатку приливают 30 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, приливают раствор аммиака до начала выпадения гидроокисей, затем 40 см<sup>3</sup> фона, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> микробюреткой отмеривают 0,5; 2,0; 4,0; 10; 20; 30 см<sup>3</sup> стандартного раствора меди, что соответствует концентрациям 5, 20, 40, 100, 200, 300 мг/дм<sup>3</sup>, приливают по 5 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 серной кислоты. Растворы нейтрализуют аммиаком по универсальной бумаге и приливают 40 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$H$  — 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<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 20—25 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 азотной кислоты. Раствор выпаривают до 3—5 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и вновь выпаривают до указанного объема. Выпаривание с соляной кислотой повторяют дважды. После охлаждения к остатку прили-

вают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг меди;

раствор Б; готовят следующим образом: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 10—15 см<sup>3</sup> царской водки (1 часть азотной кислоты и 3 части соляной кислоты). Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и вновь выпаривают до указанного состояния. Выпаривание с соляной кислотой повторяют дважды. К остатку приливают 20 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают содержимое колбы до кипения. Затем раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 2,5; 5,0; 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б и 2,0; 3,0; 5,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А, что соответствует 2,5; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 50,0; 80,0 и 100,0 мг/дм<sup>3</sup> меди. В каждую колбу приливают по 10 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>;

$V$  — объем испытуемого раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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<sup>3</sup>»;  
девятый абзац. Заменить слова: «0,1 М раствор» на «раствор 0,1 моль/дм<sup>3</sup>».  
(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.)