

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

Издание официальное

Б3 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Ф.М. Мумджи (руководитель темы), З.С. Сентар, 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. Камуркина*
 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, Коломенский пер., 14.

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов – тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
 Пл № 080102

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

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 см³ воды, приливают 250 см³ аммиака, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ 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 см³ азотной кислоты, приливают 20 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха. Операцию выпаривания раствора повторяют еще раз, прибавив 5 см³ соляной кислоты. К остатку от выпаривания прибавляют 20 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают водой до метки.
 - 1 см³ раствора А содержит 1 мг меди;
 - раствор Б, приготовленный следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 5 см³ соляной кислоты и доливают водой до метки.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

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

С. 2 ГОСТ 11884.8—78

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, Изд. № 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 фильтр-робумажной 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 аликовую 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, Изд. № 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 аликовой 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_{cx}) и воспроизводимости (d_{ic}), приведенных в таблице.

Массовая доля меди, %	Допускаемое расхождение, абсолют. %	
	d_{cx}	d_{ic}
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, Изд. № 2).