

КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

Метод определения цинка

Molibdenum concentrates.
Method for the determination
of zinc content

ГОСТ
2082.12-81

Взамен
ГОСТ 2082.12-71
в части определения
цинка

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

4201.07.92
и ч. 3-84

Настоящий стандарт распространяется на молибденовые концентраты и устанавливает полярографический метод определения цинка (при содержании от 0,05 до 3 %).

Метод основан на полярографическом определении цинка на фоне аммиачно-хлоридного раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 2082.0-81.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф с наложением постоянного напряжения с ртутными электродами (катод — ртутный капельный, анод — донная ртуть), или осциллографический полярограф типа ПО-5122 или полярограф ППТ-1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) кристаллический по СТ СЭВ 429-76.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773-72.

Полярографический фон готовят следующим образом: к 100 г хлористого аммония прибавляют 100 г сернистокислого натрия, 250 см³ аммиака, 20 см³ клея, доливают до 1000 см³ воды и тщательно перемешивают.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Свинец металлический гранулированный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Цинк по ГОСТ 3640—79.

Стандартный раствор цинка; готовят следующим образом: 1,000 г цинка растворяют при слабом нагревании в 15 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 1 мг цинка.

Клей столярный, 1 %-ный раствор; готовят следующим образом: 1 г клея помещают в стакан вместимостью 250 см³, прибавляют 60—70 см³ горячей воды и кипятят, помешивая, на медленном огне до полного растворения. Охлаждают, разбавляют водой до 100 см³ и вновь перемешивают.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 0,5—1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, прибавляют 20 см³ соляной кислоты и нагревают в течение 45—60 мин. К раствору прибавляют 30 см³ воды и кипятят 5—10 мин. Раствор фильтруют через плотный фильтр и промывают 3—4 раза горячей водой. Объем раствора должен быть 90—100 см³. Раствор нагревают, бросают гранулы свинца для цементации меди и кипятят до прекращения изменения цвета. Затем раствор фильтруют и фильтрат упаривают до 20 см³ в присутствии перекиси водорода, чтобы окислить железо до трехвалентного состояния. Остаток охлаждают, нейтрализуют аммиаком до начала выпадения гидроокисей, приливают по 20 см³ фона, переливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки водой и перемешивают. После коагуляции осадка раствор фильтруют и полярографируют цинк в интервале потенциалов от минус 0,9 до минус 1,4 В по отношению к донной ртути.

3.2. Для приготовления стандартных растворов в семь колб вместимостью по 50 см³ микробюреткой отмеривают 0,5; 1; 2; 3; 5; 10; 15 см³ стандартного раствора цинка, приливают 20 см³ фона, доливают до метки водой и полярографируют цинк, как указано в п. 3.1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot n \cdot V \cdot 100}{m \cdot n_1 \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где C — количество цинка в стандартном растворе, мг/дм³;

H — высота волны испытуемого раствора, мм³;

V — объем испытуемого раствора, см³;

m — масса навески концентрата, г;

H_1 — высота волны стандартного раствора, мм.

4.2. Расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

| Массовая доля цинка, % | Допускаемое расхождение, % |
|------------------------|----------------------------|
| От 0,05 до 0,1 | 0,01 |
| Св. 0,1 » 0,3 | 0,04 |
| » 0,3 » 1 | 0,08 |
| » 1 » 2 | 0,12 |
| » 2 » 3 | 0,16 |

Изменение № 1 ГОСТ 2082.12—81 Концентраты молибденовые. Метод определения цинка

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.88 № 3887 срок введения установлен

с 01.05.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1741.

(Продолжение см. с. 62)

Раздел 2. Шестой абзац дополнить словами: «не ниже марки СО по ГОСТ 3778—77»;

двенадцатый абзац. Исключить слово: «1 %-ный»; после слова «раствор» дополнить значением: 10 г/дм³.

(ИУС № 3 1987 г.)

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «при содержании» на «при массовой доле».

Раздел 2. Заменить ссылку: СТ СЭВ 429—76 на ТУ 6—09—5313—87.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений сходности (d_{xx}) и воспроизводимости (D), приведенных в таблице.

(Продолжение см. с. 26)

| Массовая доля цинка, % | Абсолютное допустимое расхождение, % | |
|------------------------|---------------------------------------|------------------|
| | параллельных определений ($d_{ст}$) | анализов (D) |
| От 0,05 до 0,10 включ. | 0,01 | 0,02 |
| Св. 0,10 » 0,30 » | 0,04 | 0,06 |
| » 0,30 » 1,00 » | 0,08 | 0,12 |
| » 1,00 » 2,00 » | 0,12 | 0,15 |
| » 2,00 » 3,00 » | 0,16 | 0,20 |

(ИУС № 1 1992 г.)