

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИ КАЛЬЦИЯ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ**

Спектральный метод определения окиси кальция

Tungsten concentrate. Spectrum method of
determination of calcium oxide content**ГОСТ
11884.17—82**

ОКСТУ 1742

Дата введения **01.01.84**

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты, предусмотренные ГОСТ 213, и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения окиси кальция при массовой доле от 0,5 до 5 %.

Метод основан на измерении атомного поглощения кальция при введении рабочих растворов и растворов сравнения в воздушно-пропан-бутановое (ацетиленовое) пламя.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 11884.15.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Атомно-абсорбционный спектрофотометр Перкин-Эльмер 503 или любой другой атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Лампа с полым катодом, излучающая спектр атомов кальция.

Горелка-распылитель.

Колбы мерные вместимостью 25 и 100 см³.

Пипетка с делениями вместимостью 10 см³.

Микробюретка с делениями вместимостью 5 см³.

Стаканы стеклянные термостойкие вместимостью 200 или 250 см³.

Газ пропан-бутан по ГОСТ 20448.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 100 г/дм³.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 19906.

Лантана окись.

Лантан азотнокислый, раствор 15 г/дм³ лантана; готовят следующим образом: 1,765 г окиси лантана растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавляют 20 см³, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Основной раствор окиси кальция готовят следующим образом:

раствор А: 1,784 г углекислого кальция, предварительно высушенного до постоянной массы при 105—110 °С, растворяют в 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. После полного растворения навески раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 10 мг окиси кальция;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 1 мг окиси кальция.

Рабочие растворы сравнения окиси кальция; готовят следующим образом: отмеривают микробюреткой 0,5; 1; 1,5; 2; 3; 4; 5 см³ раствора Б в мерные колбы вместимостью 100 см³, приливают по 20 см³ раствора азотнокислого лантана, добавляют по 0,2 г азотистокислого натрия, доливают раствором азотной кислоты 100 г/дм³ до метки и перемешивают. Концентрация окиси кальция в рабочих растворах сравнения соответственно равна 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50 мг/дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску вольфрамового концентрата массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 200—250 см³, приливают 10 см³ смеси кислот (три объема соляной и один объем азотной кислот) и добавляют 0,5 г азотистокислого натрия. Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают в течение 30 мин, не доводя до кипения. Затем часовое стекло снимают, обмывают его над стаканом небольшим количеством воды. Раствор выпаривают до влажного остатка (1—2 см³), приливают 10 см³ азотной кислоты, 20 см³ воды, вновь накрывают часовым стеклом и доводят раствор до кипения.

Содержимое стакана охлаждают, снимают часовое стекло, обмывают его водой, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствору дают отстояться. Из осветленного раствора отбирают пипеткой 10 см³ и помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, приливают 5 см³ раствора азотнокислого лантана, доводят раствором азотной кислоты 100 г/дм³ до метки и перемешивают. Одновременно проводят контрольный опыт со всеми применяемыми реактивами. Величину абсорбции раствора контрольного опыта вычитают из величины абсорбции анализируемого раствора и рабочих растворов сравнения.

Полученный раствор и рабочие растворы сравнения распыляют в пламя трехщелевой горелки и фотометрируют с режимом работы Перкин-Эльмер 503, при:

| | |
|---------------------------------------|---------------------------------|
| длине волны | 211 нм; |
| спектральной ширине щели | 0,7 нм; |
| расходе воздуха | (2,3±2) дм ³ /мин; |
| расходе пропан-бутана | (2,8±0,5) дм ³ /мин; |
| высоте прохождения света над горелкой | 12,5 мм. |

Рабочие растворы и растворы сравнения распыляют в пламя и измеряют поглощение линии кальция.

Растворы сравнения распыляют в порядке возрастания содержания окиси кальция. Измерение для каждого раствора проводят по три раза. Из средних результатов измерений абсорбции растворов сравнения строят градуировочный график: по оси абсцисс откладывают концентрацию раствора сравнения в мг/дм³, по оси ординат — абсорбцию.

Измерение проводят по три раза и по среднему результату измерений по градуировочному графику определяют концентрацию окиси кальция в фотометрируемом растворе.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{G \cdot V_1 - V_2 \cdot 100}{m \cdot V_a} \cdot 10^{-6},$$

где G — концентрация окиси кальция, найденная в процессе фотометрирования, мг/дм³;

V₁ — объем раствора, см³;

V₂ — объем раствора после разведения аликвотной части, см³;

m — масса навески вольфрамового концентрата, г;

V_a — объем аликвотной части, см³;

10⁻⁶ — коэффициент пересчета миллиграммов на граммы и кубических сантиметров на кубические дециметры.

| Массовая доля окиси кальция, % | Допускаемое расхождение, % |
|-----------------------------------|-------------------------------|
| От 0,5 до 1 | 0,08 |
| Св. 1 * 2 | 0,2 |
| * 2 * 5 | 0,3 |

4.2. Допускаемое расхождение между наибольшим и наименьшим значениями параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает приведенную величину, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

М.Д. Койфман (руководитель темы), В.Г. Нестеров, З.С. Септар

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.05.82 № 1977

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела, пункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела, пункта |
|--|-----------------------|--|-----------------------|
| ГОСТ 213—83 | Вводная часть | ГОСТ 11884.15—82 | 1.1 |
| ГОСТ 3118—77 | 2 | ГОСТ 19906—74 | 2 |
| ГОСТ 4461—77 | 2 | ГОСТ 20448—90 | 2 |
| ГОСТ 4530—76 | 2 | | |

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1988 г. (ИУС 10—88)

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *О.И. Власова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 19.07.99. Подписано в печать 02.08.99. Усл. печ. л. 0,47.
Уч.-изд. л. 0,37. Тираж 117 экз. С3428. Зак. 624.

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