

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Й І С Т А Н Д А Р Т

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ
СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ

Издание официальное

Б3 1-99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

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

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-Элмер 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 азотистокислый, 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 высущенного 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;

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-Элмер 503, при:

линие 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

$$X = \frac{G \cdot V_1 \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_3} \cdot 10^{-6},$$

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

V_1 — объем раствора, см³;

V_2 — объем раствора после разведения аликовой части, см³;

m — масса навески вольфрамового концентрата, г;

V_3 — объем аликовой части, см³;

10^{-6} — коэффициент пересчета миллиграммов на граммы и кубических сантиметров на кубические дециметры.

С. 3 ГОСТ 11884.17-82

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 В ПЕРВЫЕ

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.Н. Власова
Корректор В.И. Варенцова
Компьютерная верстка В.И. Грищенко

Изд. лин. № 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. С 3428. Зак. 624.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Коломенский пер., 14.
Набрано в Издательство на ПЭВМ
Физика ИПК Издательство стандартов – тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102