

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

Спектральный метод определения закиси марганца

Tungsten concentrate. Spectrum method of determination of manganese protoxide content

ГОСТ'**11884.16—82**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 мая 1982 г. № 1977 срок действия установлен

с 01.01. 1984 г.

до 01.01. 1989 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты всех марок и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения содержания закиси марганца при массовой доле от 0,05 до 18 %.

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 11884.15—82.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

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

Лампа с полым катодом, излучающая спектр атомов марганца.
Горелка-распылитель.

Колбы мерные вместимостью 100 см³.

Пипетки с делениями вместимостью 2 и 10 см³.

Микробюretка с делениями вместимостью 5 см³.

Стаканы стеклянные термостойкие вместимостью 200 см³.

Газ пропан-бутан по ГОСТ 20448—75.

Кислота азотная по ГОСТ 4451—77 и 10%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3116—77.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Основной раствор закиси марганца; готовят следующим образом:

раствор А: 0,2229 г марганцовокислого калия растворяют в 20—30 см³ воды, приливают 10 см³ азотной кислоты, прибавляют по каплям перекись водорода до обесцвечивания раствора.

Раствор кипятят в течение 8—10 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг закиси марганца;

раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают 10%-ной азотной кислотой до метки, перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг закиси марганца.

Рабочие растворы сравнения закиси марганца; готовят следующим образом: отмеривают микробюреткой 0,5; 1; 1,5; 2; 3; 4; 5 см³ раствора Б в мерные колбы вместимостью 100 см³ и доливают 10%-ной азотной кислотой до метки, перемешивают. Концентрация закиси марганца в полученных растворах соответственно равна 0,5; 1,0; 1,5; 2; 0; 3,0; 4,0; 5,0 мг/дм³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску вольфрамового концентрата массой 0,1—0,5 г (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 50 см³ соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают в течение 2 ч на кипящей водяной бане, периодически помешивая содержимое стакана. Затем стекло снимают, обмывают водой над стаканом и выпаривают раствор до объема 15—20 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты, нагревают 3—5 мин и добавляют 1—2 см³ перекиси водорода, выпаривают раствор до получения влажного остатка (1—2 см³).

Таблица I

| Марка концентрата | Масса навески, г | Объем аликвотной части, см ³ |
|-------------------|------------------|---|
| КВГ-1 | 0,1 | 2 |
| КВГ-2 | 0,1 | 2 |
| КШИ | 0,5 | 10 |
| КМШ-1 | 0,5 | Не разбавляют |
| КШ | 0,5 | 10 |
| КМШ-2 | 0,5 | Не разбавляют |
| КМШ-3 | 0,5 | 10 |

Выпаривание повторяют еще раз, прибавив 10 см³ азотной кислоты. К влажному остатку прибавляют 10 см³ азотной кислоты, 20 см³ воды, нагревают до кипения и охлаждают до комнатной температуры. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают (раствор 1). Из отстоявшегося раствора 1 отбирают аликвотную часть согласно табл. 1 в колбу вместимостью 100 см³, доливают 10%-ной азотной кислотой до метки и перемешивают (раствор 2).

Раствор 2, а при отсутствии разведения раствор 1 и рабочие растворы сравнения распыляют в пламя трехщелевой горелки и фотометрируют с режимом работы Перкин-Эльмер 503 при:

| | |
|---|---------------------------------|
| длине волны | 279,5 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 марганца.

Растворы сравнения распыляют в порядке возрастания содержания закиси марганца.

Измерения для каждого раствора сравнения 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 для каждого рабочего раствора проводят по три раза и по среднему результату измерений по градуировочному графику определяют концентрацию закиси марганца в фотометрируемом растворе.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где C — массовая концентрация закиси марганца, найденная в процессе фотометрирования, мг/дм³;

V_1 — объем раствора пробы, см³;

V_2 — объем раствора пробы после разведения аликвотной части пробы, см³;

m — масса навески вольфрамового концентрата, г;

V_a — объем аликовотной части, см³;

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

При отсутствии разведения V_2 и V_a в формулу не включают.

4.2. Допускаемое расхождение между наибольшим и наименьшим значениями параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля зокиси марганца, % | Допускаемое расхождение, % |
|----------------------------------|----------------------------|
| От 0,05 до 0,1 | 0,01 |
| Св. 0,1 " 0,5 | 0,03 |
| " 0,5 " 1 | 0,05 |
| " 1 " 2 | 0,08 |
| " 2 " 5 | 0,1 |
| " 5 " 10 | 0,15 |
| " 10 " 18 | 0,20 |

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

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

Изменение № 1 ГОСТ 11884.16—82 Концентрат вольфрамовый. Спектральный метод определения залкиси марганца

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.06.88 № 1964

Дата введения 01.01.89

Под наименованием стандарта проставить код ОКСТУ 1742

По всему тексту стандарта заменить слова «10 %-ный раствор» на «раствор 100 г/дм³»

Вводная часть Первый абзац после слова «марок» дополнить словами: «по ГОСТ 213—83»

Раздел 2 Заменить ссылки. ГОСТ 20448—75 на ГОСТ 20448—80, ГОСТ 4451—77 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 3116—77 на ГОСТ 3118—77, двенадцатый абзац Исключить слова «30 %-ный раствор»

Пункт 31 Таблицу 1 изложить в новой редакции

(Продолжение см с 50)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11884.16—82)

Таблица 1

| Марка концентрата | Масса навески, г | Объем аликовотной части, см ³ |
|-------------------|------------------|--|
| КВГ-1 | 0,1 | 2 |
| КВГ-2 | 0,1 | 2 |
| КВГ (Т) | 0,1 | 2 |
| КМШ-1 | 0,5 | Не разбавляют |
| КШ-1 | 0,5 | 10 |
| КМШ-2 | 0,5 | Не разбавляют |
| КМШ-3 | 0,5 | 10 |

Пункт 4 2. Третий абзац. Исключить слово: «последних».

(ИУС № 10 1988 г.)