

ГОСТ 11884.16—82

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 ЗАКИСИ МАРГАНЦА

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 закиси марганца**Tungsten concentrate. Spectrum method
of determination of manganese protoxide content**ГОСТ
11884.16—82**

ОКСТУ 1742

Дата введения 01.01.84

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты всех марок по ГОСТ 213 и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения 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.

(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 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.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

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, 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 раствором азотной кислоты 100 г/дм³ до метки и перемешивают.

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

Рабочие растворы сравнения закиси марганца; готовят следующим образом: отмеривают микробюretкой 0,5; 1; 1,5; 2; 3; 4; 5 см³ раствора Б в мерные колбы вместимостью 100 см³ и доливают раствором азотной кислоты 100 г/дм³ 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.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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 1

| Марка концентрата | Масса навески, г | Объем аликвотной 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 |

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 I отбирают аликвотную часть согласно табл. 1 в колбу вместимостью 100 см³, доливают раствором азотной кислоты 100 г/дм³ 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) дм³/мин;
расходе пропан-бутана (2,8±0,5) дм³/мин;
высоте прохождения света над горелкой 12,5 мм.

Рабочие растворы и растворы сравнения распыляют в пламя и измеряют поглощение линии 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 залкиси марганца в фотометрируемом растворе.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю залкиси 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 — концентрация залкиси 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 аликвотной 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.

С. 3 ГОСТ 11884.16-82

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

Таблица 2

| Массовая доля золы 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 приведенное значение, 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 3118-77 | 2 | ГОСТ 11884.15-82 | 1.1 |
| ГОСТ 4461-77 | 2 | ГОСТ 20448-80 | 2 |
| ГОСТ 10929-76 | 2 | ГОСТ 20490-75 | 2 |

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3-93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 10-88)

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 Т.И. Конюченко
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. С 3430. Зак. 623.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.

Набрано и Издательство на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов – тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.

Плр № 080102