МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.346.3-15:346.41-31.06:006.354 Группа А39

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 $см^3$.

Пипетка с делениями вместимостью 10 $см^3$.

Микробюретка с делениями вместимостью 5 $см^3$.

Стаканы стеклянные термостойкие вместимостью 200 или 250 $см^3$.

Газ пропан-бутан по ГОСТ 20448.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 100 $г/дм^3$.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 19906.

Лантана окись.

Лантан азотнокислый, раствор 15 $г/дм^3$ лантана; готовят следующим образом: 1,765 г окиси лантана растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавляют 20 $см^3$, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, 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 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1. После полного растворения навески раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ 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) 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 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

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

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

V_1 — объем раствора, см³;

V_2 — объем раствора после разведения 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.Н. 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

gost.e-ecolog.ru