УДК 622.349.3-15:546.41-31.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Метод определения окиси кальция

Raremetallic concentrates.
Method for the determination of calcium oxide

ГОСТ 25702.6—83*

ОКСТУ 1760.

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1613 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3361 срок действия продлен до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения окиси кальция в целестиновом (при массовой доле ее от 0,7 до 15 % и при массовой доле сернокислого стронция от 70 до 95 %, окиси бария не более 12 % и суммы окисей алюминия, кремния и железа не более 2 %) и ниобиевом (пирохлоровом) (при массовой доле окиси кальция от 1 до 10 %) концентратах.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 25702.0—83.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ В ЦЕЛЕСТИНОВОМ КОНЦЕНТРАТЕ

Метод основан на атомизации концентрата в воздушно-ацетиленовом пламени и измерении атомного поглощения кальция после предварительной химической подготовки пробы. Влияние состава пробы устраняют добавлением азотнокислого лантана.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (май 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89).*

gost.e-ecolog.ru

2.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Весы технические.

Баня песчаная, обеспечивающая температуру на поверхности песка не ниже 270 °С.

Плитка электрическая.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру 150 °С.

Спектрофотометр атомно-абсорбционный модели Перкин — Элмер, «Сатурн» или аналогичный прибор, предназначенный для работы с воздушно-ацетиленовым пламенем.

Горелка со щелью длиной 50 мм (Перкин — Элмер) и 100 мм («Сатурн»).

Лампа полого катода, предназначенная для определения кальция.

Ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457—75.

Бюксы стеклянные.

Воронки стеклянные.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 250 $см^3$.

Колбы конические вместимостью 250 $см^3$.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200, 250 и 1000 $см^3$.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10, 15, 20 и 25 $см^3$ без делений.

Цилиндры мерные вместимостью 25 и 100 $см^3$.

Эксикатор.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента»

Кислота азотная по ГОСТ 11125—84, разбавленная 1:1 и 1:3.

Кальций хлористый плавленый.

Лантана окись, прокаленная при температуре не выше 600 °С, с содержанием окиси кальция менее 0,002 % по массе.

Раствор азотнокислого лантана; готовят следующим образом: навеску окиси лантана массой 58,6 г растворяют при нагревании в 50 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора содержит 50 мг лантана.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, растворы с массовой концентрацией 10 г/$дм^3$ и 100 г/$дм^3$.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Растворы окиси кальция:

основной раствор. Навеску углекислого кальция массой 0,8924 г, предварительно высушенного до постоянной массы при 110—115 °С, помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, смачива-

ют водой и растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ основного раствора содержит 2 мг окиси кальция:

рабочий раствор. Отбирают пипеткой 5 см³ основного раствора, переводят его в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ рабочего раствора содержит 0,1 мг окиси кальция.

Растворы сравнения:

серия 1; готовят следующим образом: в три мерные колбы вместимостью 100 см³ вводят 1,0; 2,0 и 5,0 см³ рабочего раствора, доводят водой до метки и перемешивают.

Растворы содержат 1,0; 2,0 и 5,0 мкг/см³ окиси кальция соответственно. Их используют при определении окиси кальция в растворе контрольного опыта;

серия 2; готовят следующим образом: в четыре мерные колбы вместимостью 100 см³ вводят 2,0; 5,0; 10,0 и 15,0 см³ рабочего раствора, в каждую колбу приливают по 20 см³ раствора азотнокислого лантана, доводят до метки водой и перемешивают.

Растворы содержат 2,0; 5,0; 10,0 и 15,0 мкг/см³ окиси кальция. Их используют при определении окиси кальция в растворах пробы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. **Проведение анализа**

2.2.1. Навеску концентрата массой 0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и приливают 80 см³ раствора углекислого натрия с массовой концентрацией 100 г/дм³. В горло колбы вставляют воронку диаметром 4 см и содержимое колбы нагревают на песчаной бане в течение 2 ч, поддерживая постоянным объем жидкости периодическим добавлением воды. Раствор охлаждают и фильтруют (диаметр воронки 7,5 см). Маленькую воронку (диаметр 4 см) и стенки конической колбы ополаскивают раствором с массовой концентрацией 10 г/дм³ углекислого натрия и количественно переносят осадок на фильтр. Осадок промывают четыре раза 1 %-ным раствором углекислого натрия, а затем еще четыре раза водой. Воронку с фильтром и осадком вставляют в горло мерной колбы вместимостью 200 см³ и осторожно (используют пипетку) растворяют углекислые соли в 20 см³ горячей азотной кислоты, разбавленной 1:3. Фильтр промывают три раза водой, собирая промывные воды в мерную колбу, объем раствора доводят до метки водой и перемешивают (раствор 1). (Раствор можно использовать также при определении сернокислого стронция по ГОСТ 25702.12—83).

В зависимости от содержания окиси кальция в пробе соответственно разбавляют раствор 1 (см. табл. 1), вводят его в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 10 см³ раствора азотнокислого лантана, доводят водой до метки и перемешивают. Получают раствор 2, который поступает на анализ.

Таблица 1

Массовая доля окиси кальция, %	Аликвотная часть раствора 1, см³
0,7—2,5	25
2—7,5	10
6—15	5

Одновременно готовят раствор контрольного опыта: 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3, вводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, объем доводят водой до метки и перемешивают.

Настраивают спектрофотометр в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией. После включения системы подачи газов и **зажигания горелки распыляют в пламя воздух — ацетилен последовательно** раствор контрольного опыта и растворы сравнения серии 1, растворы 2 двух параллельных навесок анализируемой пробы, растворы сравнения серии 2 и измеряют оптические плотности. Измерения оптической плотности повторяют, распыляя растворы в обратной последовательности.

По полученным средним арифметическим значениям оптической плотности или высот пиков, вычисленным из двух значений, и соответствующим им концентрациям окиси кальция в растворах сравнения серии 1 и серии 2 строят градуировочные графики.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. **Обработка результатов**

2.3.1. Из двух значений оптической плотности или высот пиков для каждого раствора 2 пробы и контрольного опыта находят среднее арифметическое значение.

По градуировочному графику растворов сравнения серии 1 определяют концентрацию окиси кальция в растворе контрольного опыта.

По градуировочному графику растворов сравнения серии 2 определяют концентрацию окиси кальция в растворах 2 двух параллельных навесок.

2.3.2. Массовую долю окиси кальция (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{K\left(\frac{C_2 V_2}{V'} - C_к\right) \cdot V_1}{m \cdot 10^3},$$

где K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83, п. 1.5;

C_2 — найденная концентрация окиси кальция в растворе 2, мкг/см³;

V_2 — объем анализируемого раствора 2, см³;

V' — объем аликвотной части раствора 1, взятый для определения, см³;

$C_к$ — найденная концентрация окиси кальция в растворе контрольного опыта, мкг/см³;

V_1 — объем анализируемого раствора 1, см³;

m — масса навески пробы, г.

2.3.3. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 3.

Таблица 3*

Массовая доля окиси кальция, %	Допускаемое расхождение, %	
	Перкин—Элмер	«Сатурн»
0,7	0,1	0,2
5,0	0,6	0,7
16,0	1,8	2,1

2.3.2; 2.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ В НИОБИЕВОМ (ПИРОХЛОРОВОМ) КОНЦЕНТРАТЕ

Метод основан на атомизации концентрата в пламени закись азота — ацетилен и измерении атомного поглощения кальция после предварительной химической подготовки пробы. Влияние состава пробы устраняют добавлением хлористого калия.

3.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру 150 °С.

---

* Табл. 2 исключена (Изм. № 1).

Электропечь муфельная, обеспечивающая температуру 1000 °С.

Спектрофотометр атомно-абсорбционный модели Перкин — Элмер или аналогичный прибор, предназначенный для работы с пламенем закись азота — ацетилен.

Горелка со щелью длиной 50 мм.

Лампа полого катода, предназначенная для определения кальция.

Ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457—75.

Закись азота.

Чашки платиновые вместимостью 30 см³.

Бюксы стеклянные.

Эксикатор.

Колбы мерные вместимостью 100, 250 и 1000 см³.

Пипетки вместимостью 2,5 и 10 см³ без делений.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 250 см³.

Цилиндры мерные вместимостью 25 см³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 1:3.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76.

Лития метаборат.

Кальций хлористый плавленый.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Раствор хлористого калия; готовят следующим образом: 57,3 г хлористого калия растворяют в воде, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки водой.

1 см³ раствора содержит 30 мг калия.

Растворы окиси кальция:

основной раствор и рабочий раствор А; готовят, как указано в п. 2.1.;

рабочий раствор Б. Отбирают пипеткой 10 см³ рабочего раствора А, переводят его в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ рабочего раствора Б содержит 0,01 мг окиси кальция.

Растворы сравнения готовят следующим образом: в четыре мерные колбы вместимостью по 100 см³ вводят по 5,0 см³ рабочего раствора Б; 2,0; 5,0 и 10 см³ рабочего раствора А, затем в каждую колбу вводят по 0,1 г метабората лития, по 10 см³ раствора хлористого калия, приливают воду до полного растворения метабората лития и объем доводят до метки водой.

Растворы содержат 0,5; 2,0; 5,0 и 10 мкг/см³ окиси кальция соответственно.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. **Проведение анализа**

3.2.1. Навеску концентрата массой 0,1 г в платиновой чашке перемешивают с 1 г метабората лития и сплавляют при температуре 800 °С в течение 30 мин. Содержимое чашки охлаждают, приливают 10 см³ перекиси водорода и растворяют при слабом нагревании в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, приливая ее порциями. Раствор охлаждают, приливают порциями 10 см³ перекиси водорода и раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и осторожно перемешивают (раствор 1). Отбирают аликвотную часть объемом 10 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ перекиси водорода, 10 см³ раствора хлористого калия, доводят до метки водой и осторожно перемешивают. Получают раствор № 2, который поступает на анализ. Одновременно готовят раствор контрольного опыта, проводя его через все стадии анализа.

Настраивают спектрофотометр в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией. После включения системы подачи газов и зажигания горелки распыляют в пламя закись азота — ацетилен последовательно раствор контрольного опыта, растворы 2 двух параллельных навесок анализируемой пробы, растворы сравнения и измеряют оптические плотности. Измерения оптической плотности повторяют, распыляя растворы в обратной последовательности.

По полученным средним арифметическим значениям оптической плотности, вычисленным из двух значений, и соответствующим им концентрациям окиси кальция в растворах сравнения строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. **Обработка результатов**

3.3.1. Из двух значений оптической плотности для каждого раствора пробы и контрольного опыта находят среднее арифметическое значение. По градуировочному графику определяют концентрацию окиси кальция в растворе контрольного опыта и в двух растворах 2 пробы.

3.3.2. Массовую долю окиси кальция (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{\left(\frac{C_2 V_2}{V} - C_к\right) \cdot V_1 \cdot K}{m \cdot 10^4},$$

где C_2 — найденная концентрация окиси кальция в растворе 2, мкг/см³;

V_2 — объем анализируемого раствора 2, см³;

V' — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, $см^3$;

C_x — найденная концентрация окиси кальция в растворе контрольного опыта, $мкг/см^3$;

V_1 — объем анализируемого раствора 1, $см^3$;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83, п. 1.5;

m — масса навески пробы, г.

3.3.3. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 5.

Таблица 5*

Массовая доля окиси кальция, %	Допускаемое расхождение, %
1,0	0,2
4,0	0,6
10,0	1,4

3.3.2; 3.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru

* Табл. 4 исключена (Изм. № 1).