МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАКИСИ МАРГАНЦА

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.346.3-15:546.712-31.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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-Эльмер 503 или любой другой атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Лампа с полым катодом, излучающая спектр атомов марганца.

Горелка-распылитель.

Колбы мерные вместимостью 100 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 2 и 10 см^3.

Микробюретка с делениями вместимостью 5 см^3.

Стаканы стеклянные термостойкие вместимостью 200 см^3.

Газ пропан-бутан по ГОСТ 20448.

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

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 см^3 воды, приливают 10 см^3 азотной кислоты, прибавляют по каплям перекись водорода до обесцвечивания раствора.

Раствор кипятят в течение 8—10 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг закиси марганца;

раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают раствором азотной кислоты 100 г/дм^3 до метки и перемешивают.

1 см^3 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 см^3 раствора Б в мерные колбы вместимостью 100 см^3 и доливают раствором азотной кислоты 100 г/дм^3 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/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску вольфрамового концентрата массой 0,1—0,5 г (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 200 см^3, приливают 50 см^3 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 см^3, приливают 10 см^3 азотной кислоты, нагревают 3—5 мин и добавляют 1—2 см^3 перекиси водорода, выпаривают раствор до получения влажного остатка (1—2 см^3).

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 см^3 азотной кислоты. К влажному остатку прибавляют 10 см^3 азотной кислоты, 20 см^3 воды, нагревают до кипения и охлаждают до комнатной температуры. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают (раствор 1). Из отстоявшегося раствора 1 отбирают аликвотную часть согласно табл. 1 в колбу вместимостью 100 см^3, доливают раствором азотной кислоты 100 г/дм^3 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/дм^3, 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.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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 — концентрация закиси марганца, найденная в процессе фотометрирования, мг/дм^3;
V_1 — объем раствора пробы, см^3;
V_2 — объем раствора пробы после разведения аликвотной части пробы, см^3;
m — масса навески вольфрамового концентрата, г;
V_a — объем аликвотной части, см^3;
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 значения, указанного в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля закиси 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. Кононенко*
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. С3430. Зак. 623.

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