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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

Спектральный метод определения окиси кальция

Tungsten concentrate. Spectrum method of determination of calcium oxide content

ГОСТ 11884.17—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 марок КВГ(Т), КВГ(К) и КВГ(К) с государственным Знаком качества по ГОСТ 213—73 и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения содержания 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.

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 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—75.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и 10%-ный раствор.
Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.
Натрий азотистокислый по ГОСТ 19906—74.
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;

раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см^3 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 см^3 раствора Б в мерные колбы вместимостью 100 см^3, приливают по 20 см^3 раствора азотнокислого лантана, добавляют по 0,2 г азотистокислого натрия, доливают 10%-ной азотной кислотой до метки и перемешивают. Концентрация окиси кальция в рабочих растворах сравнения соответственно равна 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50 мг/дм^3.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску вольфрамового концентрата массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 200—250 см^3, приливают 10 см^3 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 см^3), приливают 10 см^3 азотной кислоты, 20 см^3 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 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствору дают отстояться. Из осветленного раствора отбирают пипеткой 10 см^3 и помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3,

приливают 5 см³ раствора азотнокислого лантана, доводят 10%-ной азотной кислотой 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.

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 — массовая 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.

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

Массовая доля окиси кальция, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,5 до 1	0,08
Св. 1 „ 2	0,2
„ 2 „ 5	0,3

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 11884.17—82 Концентрат вольфрамовый Спектральный метод определения окиси кальция

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/дм^3»

Вводная часть Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты, предусмотренные ГОСТ 213—83, и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения окиси кальция при массовой доле от 0,5 до 5 %»

Раздел 2 Заменить ссылку: ГОСТ 20448—75 на ГОСТ 20448—80

Пункт 4.2 Третий абзац Исключить слово «последних».

(ИУС № 10 1988 г.)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 11884.15—82 Концентрат вольфрамовый. Общие требования к методам спектрального анализа 1

ГОСТ 11884.16—82 Концентрат вольфрамовый. Спектральный метод определения закиси марганца 4

ГОСТ 11884.17—82 Концентрат вольфрамовый. Спектральный метод определения окиси кальция 8

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *А. В. Прокофьева*

Сдано в наб 28 05 82 Подп. к печ. 28 06 82 1,0 п. л 0,69 уч.-изд. л. Тир. 8000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 664

Цена 3 коп.

Величина	Единица		
	Наименование	Обозначение	
		международное	русское
ОСНОВНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ			
Длина	метр	m	м
Масса	килограмм	kg	кг
Время	секунда	s	с
Сила электрического тока	ампер	A	А
Термодинамическая температура	кельвин	K	К
Количество вещества	моль	mol	моль
Сила света	кандела	cd	кд
ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ			
Плоский угол	радиан	rad	рад
Телесный угол	стерадиан	sr	ср

ПРОИЗВОДНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ, ИМЕЮЩИЕ СПЕЦИАЛЬНЫЕ НАИМЕНОВАНИЯ

Величина	Единица			Выражение через основные и дополнительные единицы СИ
	Наименование	Обозначение		
		международное	русское	
Частота	герц	Hz	Гц	$с^{-1}$
Сила	ньютон	N	Н	м кг $с^{-2}$
Давление	паскаль	Pa	Па	$м^{-1}$ кг $с^{-2}$
Энергия	джоуль	J	Дж	$м^2$ кг $с^{-2}$
Мощность	ватт	W	Вт	$м^2$ кг $с^{-3}$
Количество электричества	кулон	C	Кл	с А
Электрическое напряжение	вольт	V	В	$м^2 \cdot$ кг $с^{-3}$ $А^{-1}$
Электрическая емкость	фарад	F	Ф	$м^{-2}$ $кг^{-1}$ $с^4$ $А^2$
Электрическое сопротивление	ом	Ω	Ом	$м^2$ кг $с^{-3}$ $А^{-2}$
Электрическая проводимость	сименс	S	См	$м^{-2}$ $кг^{-1}$ $с^3$ $А^2$
Поток магнитной индукции	вебер	Wb	Вб	$м^2$ кг $с^{-2}$ $А^{-1}$
Магнитная индукция	тесла	T	Тл	кг $с^{-2}$ $А^{-1}$
Индуктивность	генри	H	Гн	$м^2$ кг $с^{-2}$ $А^{-2}$
Световой поток	люмен	lm	лм	кд ср
Освещенность	люкс	lx	лк	$м^{-2}$ кд ср
Активность радионуклида	беккерель	Bq	Бк	$с^{-1}$
Поглощенная доза ионизирующего излучения	грэй	Gy	Гр	$м^2$ $с^{-2}$
[illegible] доза излучения	зиверт	Sv	Зв	$м^2$ $с^{-2}$

gost.e-ecolog.ru