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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

Спектральный метод определения закиси марганца

Tungsten concentrate. Spectrum method of determination of manganese protoxide content

ГОСТ 11884.16—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 всех марок и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения содержания 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.

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 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—75.

Кислота азотная по ГОСТ 4451—77 и 10%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3116—77.

gost.e-ecolog.ru

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

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 $см^3$ и 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 10%-ной азотной кислотой до метки, 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 10%-ной азотной кислотой 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/$дм^3$.

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
КШИ	0,5	10
КМШ-1	0,5	Не разбавляют
КШ	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 1 отбирают аликвотную часть согласно табл. 1 в колбу вместимостью 100 см³, доливают 10%-ной азотной кислотой 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.

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/дм³, 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.

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 — массовая концентрация закиси 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, 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 величины, указанной 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 приведенную величину, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех последних параллельных определений.

Изменение № 1 ГОСТ 11884.16—82 Концентрат вольфрамовый. Спектральный метод определения закиси марганца

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 после слова «марок» дополнить словами: «по ГОСТ 213—83»

Раздел 2. Заменить ссылки: ГОСТ 20448—75 на ГОСТ 20448—80, ГОСТ 4451—77 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 3116—77 на ГОСТ 3118—77,

двенадцатый абзац. Исключить слова «30 %-ный раствор»

Пункт 3.1. Таблицу 1 изложить в новой редакции

(Продолжение см. с. 50)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11884.16—82)

Таблица 1

Марка концентрата	Масса навески, г	Объем аликвотной части, см³
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

Пункт 4 2. Третий абзац. Исключить слово: «последних».

(ИУС № 10 1988 г.)

gost.e-ecolog.ru