

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 см³.

Пипетка с делениями вместимостью 10 см³.

Микробюretка с делениями вместимостью 5 см³.

Стаканы стеклянные термостойкие вместимостью 200 или 250 см³.

Газ пропан-бутан по ГОСТ 20448-75.

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/дм³ лантана; готовят следующим образом: 1,765 г окиси лантана растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавляют 20 см³, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, 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°C, растворяют в 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. После полного растворения навески раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 10 мг окиси кальция;

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 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/дм³.

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 10%-ной азотной кислотой до метки и перемешивают. Одновременно проводят контрольный опыт со всеми применяемыми реактивами. Величину абсорбции раствора контрольного опыта вычисляют 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) 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 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 аликовтной части, см³;

m — масса навески вольфрамового концентрата, г;

V_a — объем аликовтной 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.