

**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<sup>3</sup>.

Пипетка с делениями вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

Микробюретка с делениями вместимостью 5 см<sup>3</sup>.

Стаканы стеклянные термостойкие вместимостью 200 или 250 см<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup> лантана; готовят следующим образом: 1,765 г окиси лантана растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавляют 20 см<sup>3</sup>, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1. После полного растворения навески раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 10 мг окиси кальция;

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

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> раствора Б в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают по 20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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

приливают 5 см<sup>3</sup> 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) дм <sup>3</sup> /мин,
расходе пропан-бутана . . . . .	(2,8±0,5) дм <sup>3</sup> /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/дм<sup>3</sup>, 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/дм<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора после разведения аликвотной части, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески вольфрамового концентрата, г;

$V_a$  — объем аликвотной части, см<sup>3</sup>;

$10^{-6}$  — 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<sup>3</sup>»

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

Величина	Единица		
	Наименование	Обозначение	
		международное	русское
<b>ОСНОВНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ</b>			
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
<b>ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ</b>			
Плоский угол	радиан	rad	рад
Телесный угол	стерадиан	sr	ср
<b>ПРОИЗВОДНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ, ИМЕЮЩИЕ СПЕЦИАЛЬНЫЕ НАИМЕНОВАНИЯ</b>			

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