

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАКИСИ МАРГАНЦА

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й   С Т А Н Д А Р Т****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<sup>3</sup>.

Пипетки с делениями вместимостью 2 и 10 см<sup>3</sup>.

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

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

Газ пропан-бутан по ГОСТ 20448.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> воды, приливают 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг закиси марганца;

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

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

(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<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, нагревают 3—5 мин и добавляют 1—2 см<sup>3</sup> перекиси водорода, выпаривают раствор до получения влажного остатка (1—2 см<sup>3</sup>).

Таблица 1

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

$$X = \frac{C \cdot V_1 - V_2 \cdot 100}{m \cdot V_2} \cdot 10^{-6},$$

где  $C$  — концентрация закиси марганца, найденная в процессе фотометрирования, мг/дм<sup>3</sup>;

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

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

$m$  — масса навески вольфрамового концентрата, г;

$V_0$  — объем аликвотной части, см<sup>3</sup>;

$10^{-6}$  — коэффициент пересчета миллиграммов на граммы и кубических сантиметров на кубические дециметры.

При отсутствии разведения  $V_2$  и  $V_0$  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.В. 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.

Пар № 080102