

7619.11



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ШПАТ ПЛАВИКОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОКСИДА СТРОНЦИЯ

ГОСТ 7619.11-77

Издание официальное



Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР

Москва

РАЗРАБОТАН Сибирским государственным проектным и научно-исследовательским институтом цветной металлургии (Сибцветмет-ниипроект)

Зам. директора по научной работе В. А. Аврамов
Руководитель темы М. Л. Петрова

ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

Член Коллегии А. П. Смирников

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор А. В. Гличев

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30 марта 1977 г. № 808

ШПАТ ПЛАВИКОВЫЙ**Метод определения содержания окиси стронция**

Fluorite. Method for the determination
of strontium oxide content

ГОСТ
7619.11—77

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 30 марта 1977 г. № 808 срок действия установлен

с 01.07. 1978 г.
до 01.07. 1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на плавленый шпат и устанавливает эмиссионный пламеннофотометрический метод определения содержания стронция в пересчете на окись стронция.

Метод основан на измерении интенсивности спектральной линии стронция в пламени.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 7619.0—70.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:
фотометр пламенный эмиссионный с монохроматором;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—67, разбавленную 1:1;
калий-натрий углекислый безводный по ГОСТ 4332—76;
натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63, раствор концентрации 10 г/л;

кальций углекислый по ГОСТ 4530—66, ос. ч, раствор концентрации 125 г/л; готовят следующим образом: 125 г соли растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 мл, приливают



300 мл разбавленной 1:1 соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор содержит 50 г/л кальция;

строший углекислый, ос. ч.;

стандартные растворы стронция:

раствор А, приготовленный следующим образом: 1,427 г углекислого стронция растворяют в 100 мл воды с добавлением 2—3 мл разбавленной 1:1 соляной кислоты и кипятят 2—3 мин для удаления углекислого газа. Раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора А соответствует 1 мг окиси стронция;

раствор Б, приготовленный следующим образом: отбирают 100 мл раствора А в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают до метки прокипяченной и охлажденной водой и перемешивают. 1 мл раствора Б соответствует 0,1 мг окиси стронция.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы плавикового шпата массой 1 г помещают в платиновый тигель, смешивают с 5 г углекислого калия-натрия и сплавляют при 850—900°C в течение 15 мин.

Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 300 мл, приливают 150 мл горячей воды и нагревают до полного выщелачивания. Тигель вынимают и обмывают водой над стаканом. Осадок отфильтровывают на плотный фильтр, промывают 5—6 раз раствором углекислого натрия и 5—6 раз горячей водой. Фильтрат отбрасывают. Осадок смывают с фильтра в стакан, где проводилось выщелачивание. Фильтр промывают 15 мл теплой разбавленной 1:1 соляной кислотой и 10 мл этой же кислоты обмывают стенки стакана. Далее фильтр промывают 7—8 раз горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают в стакан, где проводилось выщелачивание.

Раствор в стакане кипятят 5 мин для удаления углекислого газа, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор фотометрируют при длине волны излучения 460,7 нм. Область спектра — видимая. Источником атомизации служит воздушно-бутан-пропановое или воздушно-ацетиленовое пламя.

По измеренной интенсивности спектральной линии стронция в пламени для анализируемого раствора устанавливают концентрацию окиси стронция по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 мл отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10 мл стандартного раствора Б. В каждую колбу приливают по 10 мл раствора углекислого кальция, доливают до метки водой и перемешивают. Концентрация приготовленных растворов соответствует 0,5;

1,0; 2,0; 5,0 и 10 мкг/мл окиси стронция. Растворы фотометрируют, как указано в п. 3.1.

Далее вычисляют среднее арифметическое результатов трех измерений интенсивности спектральной линии стронция в пламени для каждого стандартного раствора.

По полученным средним значениям интенсивности спектральной линии стронция для стандартных растворов и известным концентрациям окиси стронция строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси стронция в плавиковом шпате (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot 10^6},$$

где C — концентрация окиси стронция, найденная по градуировочному графику, мкг/мл;

V — объем мерной колбы, мл;

m — масса навески пробы, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать значений величин, указанных в таблице.

Массовая доля окиси стронция в плавиковом шпате, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,005 до 0,01	0,0025
Св. 0,01 " 0,03	0,003
" 0,03 " 0,06	0,006
" 0,06 " 0,1	0,01

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенное значение, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Изменение № 1 ГОСТ 7619.11—77 Шпат плавиковый. Метод определения содержания окиси стронция

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.12.87 № 5005

Дата введения 01.07.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ. 1769.

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержание», «content».

По всему тексту стандарта заменить единицы и слова: «мл на см³, л на дм³, «содержание» и «концентрация» на «массовая доля».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 7619.0—70 на ГОСТ 7619.0—81.

Пункт 2.1. Заменить ссылки: ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 83—63 на ГОСТ 83—79, ГОСТ 4530—66 на ГОСТ 4530—76;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «стронций углекислый по ГОСТ 2821—75».

Пункт 4.2. Таблица. Графа «Массовая доля окиси стронция в плавиковом шпате, %». Заменить значение: 0,1 на 0,15.

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.11—77)

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3: «4.3. Контроль точности измерений — по ГОСТ 7619.0—81».

(ИУС № 4 1988 г.)

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *Г. А. Макарова*
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в наб. 12.04.77 Подп. в печ. 24.05.77 0,375 л. д. 0,21 уч.-изд. л. Тир. 8000 Цена 3 коп.
Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6, Зак. 579