УДК 622.349.42 : 543.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ

Метод определения окиси калия и окиси натрия

Titanomagnetite ores, ironvanadium concentrates, agglomerates and pellets. Method for determination of potassium oxide and sodium oxide

ГОСТ 18262.14—88

ОКСТУ 0720

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на титаномагнетитовые руды, железованадиевые концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает пламенно-фотометрический метод определения окиси калия и окиси натрия при массовой доле от 0,1 до 2 %.

Метод основан на измерении интенсивности излучения (эмиссионный вариант) или атомного поглощения (атомно-абсорбционный вариант) калия при длине волны 766,5 нм и натрия при длине волны 589,0 нм.

Для атомизации пробы используется пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 18262.0.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Пламенный спектрофотометр с монохроматором или атомно-абсорбционный.

Чашки платиновые по ГОСТ 6563 или стеклоуглеродные.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457.

Пропан-бутан.

Калий хлористый по ГОСТ 4234 или о. с. ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233 или о. с. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Цезий азотнокислый, раствор массовой концентрации 15 г/дм³.

Стандартные растворы калия, приготовленные следующим образом:

Раствор А. 1,583 г хлористого калия, предварительно прокаленного при 500 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 200 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,001 г окиси калия.

Раствор Б. 25 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,0001 г окиси калия.

Раствор В. 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,00001 г окиси калия.

Стандартные растворы натрия, приготовленные следующим образом.

Раствор А. 1,886 г хлористого натрия, предварительно прокаленного при 500 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 200 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,001 г окиси натрия.

Раствор Б. 25 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,0001 г окиси натрия.

Раствор В. 10 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,00001 г окиси натрия.

Растворы калия и натрия хранят в полиэтиленовой посуде.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску массой 0,5 г помещают в платиновую или стеклоуглеродную чашку, прибавляют 10—20 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения большей части навески. Затем прибавляют 5—10 см³ фтористоводородной кислоты (в зависимости от содержания двуокиси кремния), 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и продолжают растворение при слабом нагревании до разложения силикатов. Затем усиливают нагревание и выпаривают раствор до прекращения выделения паров серного ангидрида.

3.2. Сухой остаток смачивают 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают раствор до растворения солей, затем при-

ливают 20—30 см³ воды и вновь нагревают. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Если растворы мутные, их фильтруют через сухой фильтр средней плотности, отбрасывая первые порции фильтрата (основной раствор).

3.3. При измерении в режиме эмиссии аликвоту основного раствора (в соответствии с табл. 1) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 4 см³ раствора азотнокислого цезия (при содержании окиси натрия более 1%), добавляют соляную кислоту, разбавленную 1:1, чтобы общий объем ее в растворе был 5 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3.4. При измерении в режиме абсорбции аликвоту основного раствора 20 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. От полученного раствора отбирают аликвоту (в соответствии с табл. 1), помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля окиси калия (окиси натрия, %)	Аликвота, см³		
	Измерение в режиме эмиссии	Измерение в режиме абсорбции	
		Натрий	Калий
От 0,1 до 0,4	—	25	50
Св. 0,4 » 0,8	50	10	20
» 0,8 » 2,0	20	5	10

3.5. Полученные растворы вводят в пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух пламенного или атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют интенсивность излучения или атомного поглощения калия при длине волны 766,5 нм, натрия — при длине волны 589,0 нм.

Процесс измерения для каждого раствора проводят не менее двух раз и берут среднее значение интенсивности излучения или атомного поглощения.

При смене растворов систему распыления промывают водой.

3.6. Для внесения в результат анализа поправки на содержание окисей натрия и калия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденным значениям интенсивности излучения или поглощения исследуемого раствора за вычетом значения интенсивности излучения или поглощения раствора контрольного опыта находят содержание окиси калия или окиси натрия по градуировочному графику или по методу ограничивающих растворов.

3.7. Построение градуировочных графиков

3.7.1. При измерении в режиме эмиссии для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 20,0 см³ стандартных растворов калия и натрия, что соответствует 0,00010; 0,00025; 0,00050; 0,00100; 0,00200 г окиси калия и окиси натрия, приливают по 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, по 4 см³ раствора азотнокислого цезия (если он вводится в анализируемые растворы), доливают до метки водой, перемешивают и измеряют интенсивность излучения полученных растворов, как указано в п. 3.5.

Раствор шестой колбы, не содержащий стандартных растворов калия и натрия, служит раствором контрольного опыта для градуировочного графика.

3.7.2. При измерении в режиме атомной абсорбции для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 1, 5, 10, 15, 20 см³ стандартного раствора калия В, что соответствует 0,00001; 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020 г окиси калия и 2, 5, 7, 10, 15 см³ стандартного раствора натрия В, что соответствует 0,00002; 0,00005; 0,00007; 0,00010; 0,00015 г окиси натрия, приливают по 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют абсорбцию растворов, как указано в п. 3.5.

Раствор шестой колбы, не содержащий стандартных растворов калия и натрия, служит раствором контрольного опыта для градуировочного графика.

3.7.3. По найденным значениям интенсивности излучения или атомного поглощения растворов для градуировочного графика за вычетом значения излучения или атомного поглощения раствора контрольного опыта и соответствующим концентрациям окиси калия или окиси натрия строят градуировочный график.

3.8. При нахождении содержания окиси калия и окиси натрия по методу ограничивающих растворов интенсивность излучения (поглощения) испытуемого раствора сравнивают с интенсивностью излучения (поглощения) двух стандартных растворов, полученных по п. 3.7.1 или 3.7.2. Интенсивность излучения (поглощения) одного раствора должна быть на 10% выше и второго — на 10% ниже интенсивности излучения (поглощения) анализируемого раствора.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси калия (X_{K_2O}) или окиси натрия (X_{Na_2O}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{K_2O(Na_2O)} = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса окиси калия (окиси натрия) в объеме используемого для измерения раствора пробы, найденная по градуировочному графику или по формуле, указанной ниже, г;

m — масса навески высушенной пробы в объеме используемого для измерения раствора, г.

Величину m_1 для метода ограничивающих растворов вычисляют по формуле

$$m_1 = m_2 + \frac{(m_3 - m_2)(b - b_1)}{b_2 - b_1},$$

где m_2 — масса окиси калия (окиси натрия) в стандартном растворе, концентрация которого меньше по сравнению с раствором анализируемой пробы, г;

m_3 — масса окиси калия (окиси натрия) в стандартном растворе, концентрация которого больше по сравнению с раствором анализируемой пробы, г;

b — показание регистрирующего прибора для раствора анализируемой пробы за вычетом показаний прибора для раствора контрольного опыта;

b_1 — показание регистрирующего прибора для стандартного раствора с массой m_2 за вычетом показания прибора для раствора контрольного опыта;

b_2 — показание регистрирующего прибора для стандартного раствора с массой m_3 за вычетом показания прибора для раствора контрольного опыта.

4.2. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси калия (натрия), %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,1 до 0,2 включ.	0,04
Св. 0,2 » 0,5 »	0,08
» 0,5 » 1,0 »	0,1
» 1,0 » 2,0 »	0,2

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. М. Кузьмин, Л. В. Камаева (руководитель темы), Н. А. Зобнина, Н. Н. Шавкунова, Ю. В. Баринов, К. Е. Юрочкина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.12.88 № 4191

3. Срок первой проверки — 1998 г.
Периодичность проверки — 8 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 18262.15—72

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 5457—75	2
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 6563—75	2
ГОСТ 4233—77	2	ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 4234—77	2	ГОСТ 18262.0—88	1

gost.e-ecolog.ru