УДК 622.346.2-15:543.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

Метод определения натрия и калия

Molibdenum concentrates.
Method for the determination
of sodium and potassium contents.

ГОСТ 2082.9—81

Взамен
ГОСТ 2082.9—71

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1196 срок действия установлен

с 01.01. 1982 г.
до 01.07. 1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на молибденовые концентраты и устанавливает метод фотометрии пламени для определения содержания натрия и калия (при содержании от 0,01 до 2%).

Метод основан на существовании зависимости между концентрацией определяемого элемента в растворе и интенсивностью его спектральной линии, возбуждаемой при введении раствора в воздушно-пропан-бутановое пламя.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 2082.0—81.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Пламенный фотометр (оптическая часть прибора — монохроматор).

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—78.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, высушенный при 105—110 °С в течение 1 ч. Хранят в закрытой бюксе в эксикаторе.

gost.e-ecolog.ru

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, высушенный при 105—110 °С до постоянной массы. Хранят в закрытой бюксе в эксикаторе.

Стандартные растворы калия:

раствор А; готовят следующим образом: 0,954 г хлористого калия помещают в стакан и растворяют в воде. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор А содержит 1000 мг/дм³ калия;

раствор Б; готовят следующим образом: отмеривают микробюреткой 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Раствор Б содержит 100 мг/дм³ калия.

Стандартные растворы натрия:

раствор В; готовят следующим образом: 1,2718 г хлористого натрия помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор В содержит 1000 мг/дм³ натрия;

раствор Г; готовят следующим образом: отмеривают микробюреткой 10 см³ раствора В в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Г содержит 100 мг/дм³ натрия.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 0,25—0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, приливают 5 см³ плавиковой кислоты, 2 см³ разбавленной серной кислоты и раствор выпаривают досуха.

Остаток охлаждают, стенки чашки обмывают водой и снова выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 2 см³ соляной кислоты, приливают 50 см³ воды и нагревают до растворения солей.

Раствор фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 100 см³. Остаток на фильтре промывают 8—10 раз горячей водой.

Раствор охлаждают, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют на пламенном фотометре интенсивность излучения натрия в интервале волн 589—590 нм и калия в интервале волн 766—770 нм.

Сначала фотометрируют растворы анализируемых проб, затем стандартные растворы. Измерения повторяют в обратном порядке. При смене растворов систему распыления промывают водой. Из каждого значения интенсивности излучения в анализируемой пробе вычитают среднее значение интенсивности излучения в контрольном опыте.

Содержание натрия и калия в мг/дм³ находят по градуировочной кривой.

Процесс фотометрирования для каждой навески концентрата проводят три раза и вычисляют среднее арифметическое.

3.2. Для построения градуировочного графика для калия и натрия в мерные колбы вместимостью по 100 см³ микробюреткой отмеривают по 1, 2, 5, 10, 20 и 40 см³ стандартного раствора соответственно Б и Г, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют интенсивность излучения натрия и калия, как указано в п. 3.1. По найденным значениям интенсивности излучения и соответствующим им содержаниям натрия и калия строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю натрия и калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где C — среднее значение содержаний натрия и калия, найденное по градуировочному графику, мг/дм³;

V — объем испытуемого раствора, см³;

m — масса навески концентрата, г.

4.2. Массовую долю окиси натрия или окиси калия в процентах вычисляют умножением процентного содержания натрия и калия соответственно на коэффициенты 1,35 и 1,20.

4.3. Сумму массовых долей щелочных металлов (натрия, калия) в процентах вычисляют сложением массовой доли натрия и массовой доли калия.

4.4. Расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля калия, натрия, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,05	0,005
Св. 0,05 » 0,1	0,01
» 0,1 » 0,3	0,03
» 0,3 » 0,5	0,05
» 0,5 » 1	0,08
» 1 » 2	0,1

Изменение № 1 ГОСТ 2082.9—81 Концентраты молибденовые. Метод определения натрия и калия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.86 № 3887 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1741.

(ИУС № 3 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2082.9—81 Концентраты молибденовые. Метод определения натрия и калия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 04.10.91 № 1594

Дата введения 01.05.92

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «при содержании» на «при массовой доле»;

Пункт 4.4 изложить в новой редакции: «4.4. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{ск}$) и воспроизводимости (D), приведенных в таблице

(Продолжение см. с. 24)

Массовая доля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ($d_{ск}$)	анализов (D)
От 0,010 до 0,050 включ.	0,005	0,007
Св. 0,050 » 0,10 »	0,01	0,02
» 0,10 » 0,30 »	0,03	0,04
» 0,30 » 0,50 »	0,05	0,09
» 0,50 » 1,00 »	0,08	0,12
» 1,00 » 2,00 »	0,10	0,15

(ИУС № 1 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru