УДК 622.361.2.001.4:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАОЛИН ОБОГАЩЕННЫЙ

Метод определения оксидов калия и натрия

Concentrated kaolin.
Method for determination of potassium and sodium oxides

ГОСТ 19609.5—89

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на обогащенный каолин и устанавливает пламенно-фотометрический метод определения оксидов калия и натрия.

Метод основан на измерении интенсивности излучения атомов калия и натрия в пламени бутан-пропановой смеси.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 19609.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотометр пламенный.

Электропечь сопротивления камерная, обеспечивающая нагрев до 900 °С.

Весы лабораторные 2-го класса точности с погрешностью взвешивания не более 0,0005 г по ГОСТ 24104.

Чашки платиновые по ГОСТ 6563.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Стандартный раствор калия и натрия, приготовленный следующим образом: 0,3959 г хлористого калия и 0,2829 г хлористого натрия, предварительно высушенных при 105—110 °С в течение 2 ч, растворяют в воде, раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 0,5 дм³, доливают водой до метки и перемешива-

gost.e-ecolog.ru

ют. 1 см³ стандартного раствора содержит 0,5 мг оксида калия и 0,3 мг оксида натрия.

Стандартный раствор кальция, приготовленный по п. 2 ГОСТ 19609.4.

Стандартные растворы хранят в полиэтиленовых сосудах.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочных графиков готовят серию стандартных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью по 100 см³ отмеряют бюреткой 0,5; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 10,0 см³ стандартного раствора калия и натрия. В каждую колбу приливают по 2 см³ соляной кислоты, по 1 см³ стандартного раствора кальция, доливают водой до метки и перемешивают.

Концентрация приготовленных растворов соответствует 0,0025; 0,0050; 0,0100; 0,0150; 0,0250; 0,0350 и 0,0500 мг/см³ оксида калия и 0,0015; 0,0030; 0,0060; 0,0090; 0,0150; 0,0210 и 0,0300 мг/см³ оксида натрия.

После настройки пламенного фотометра при проверке водой гальванометр должен иметь нулевое показание. Затем последовательно измеряют интенсивность излучения калия в диапазоне длин волн 766—769 нм и интенсивность излучения натрия в диапазоне длин волн 589—590 нм.

Для каждого раствора производят три измерения. По средним значениям этих измерений строят градуировочные графики, откладывая на оси ординат показания шкалы гальванометра, а на оси абсцисс массовую концентрацию оксида калия и натрия в мг/см³.

Перед началом работы градуировочные графики проверяют по двум или трем стандартным растворам.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску каолина массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, приливают 1 см³ серной кислоты, 10—15 см³ фтористоводородной кислоты и медленно выпаривают на песчаной бане до прекращения выделения паров серной кислоты.

Сухой остаток прокаливают при 600—650 °С в течение 10 мин, затем охлаждают, приливают 2 см³ соляной кислоты, 20 см³ воды и нагревают до образования прозрачного раствора. Если помутнение не исчезает при длительном нагревании, то раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см³ через двойной фильтр «красная и синяя лента». Осадок промывают 5—6 раз горячей водой и отбрасывают. Раствор в мерной колбе охлаждают и доливают до метки водой, перемешивают и измеряют интенсивность излучения калия и натрия. Из каждого среднего значения интенсивности излучения элементов в растворе исследуемой пробы вычитают среднее значение интенсивности излучения в контрольном опыте.

По градуировочным графикам находят массовую концентрацию оксидов калия и натрия в миллиграммах на сантиметр кубический.

Допускается проводить измерения по методу сравнения. В этом случае сначала измеряют интенсивность излучения калия или натрия в стандартных растворах, концентрация одного из которых меньше, а другого больше концентрации раствора анализируемой пробы.

Строят график по точкам, соответствующим показаниям примененных градуировочных растворов и находят массовую концентрацию оксидов калия или натрия в миллиграммах на сантиметр кубический.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю оксидов калия или натрия (X_{R_2O}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{R_2O}=\frac{C\cdot V\cdot 100}{m\cdot 1000},$$

где C — среднее значение массовой концентрации оксидов калия или натрия по градуировочному графику, мг/см^3;

V — объем раствора анализируемой пробы, см^3;

m — масса навески каолина, г.

5.2. Массовую концентрацию оксидов калия или натрия (X_{1R_2O}) в процентах по методу сравнения вычисляют по формуле

$$X_{1R_2O}=\left[C_1+\frac{(B-B_1)\cdot(C_2-C_1)}{B_2-B_1}\right]\cdot\frac{V\cdot 100}{m\cdot 1000},$$

где C_1 — массовая концентрация оксидов калия или натрия в стандартном растворе, концентрация которого ниже по сравнению с раствором анализируемой пробы, мг/см^3;

B — показания гальванометра для раствора анализируемой пробы;

B_1 — показания гальванометра для стандартного раствора с концентрацией C_1;

C_2 — массовая концентрация оксида калия или натрия в стандартном растворе, концентрация которого выше по сравнению с раствором анализируемой пробы, мг/см^3;

B_2 — показания гальванометра для стандартного раствора с концентрацией C_2;

V — объем раствора анализируемой пробы, см^3;

m — масса навески каолина, г.

5.3. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,05 % при массовой доле оксида калия или натрия до 1,00 % и 0,10 % — при массовой доле оксида калия или натрия от 1,00 до 2,50 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством промышленности строительных материалов СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы)

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.03.89 № 485

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 19609.5—79**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4234—77	2
ГОСТ 4530—76	2
ГОСТ 6563—75	2
ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 19609.0—89	1
ГОСТ 19609.4—89	2
ГОСТ 24104—80	2

gost.e-ecolog.ru