Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ ЦИРКОНИЙСОДЕРЖАЩИЕ

Методы определения окисей натрия и калия

ГОСТ 13997.11—84

Zirconium containing refractory materials and products.
Methods of determination of sodium and potassium oxides

МКС 81.080
ОКСТУ 1509

Дата введения 01.07.85

Настоящий стандарт устанавливает методы определения окисей натрия и калия в материалах и изделиях огнеупорных цирконийсодержащих: пламенно-фотометрический метод определения окисей натрия и калия при массовой доле окисей натрия и калия от 0,10 до 1,0 % каждого и пламенно-фотометрический метод определения окисей натрия и калия (при массовой доле окисей натрия и калия от 0,10 и свыше 1,5 %), предусматривающий варианты измерений по градуировочному графику и по методу ограничивающих растворов в огнеупорных материалах и изделиях из них с массовой долей двуокиси циркония до 65 %, кроме бадделеитовых.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 4432—83 в части пламенно-фотометрического метода определения окисей натрия и калия в огнеупорных материалах и изделиях из них с массовой долей двуокиси циркония до 65 %, кроме бадделеитовых.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13997.0.

2. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСЕЙ НАТРИЯ И КАЛИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на введении раствора сернокислых солей натрия и калия в пламя горелки в виде аэрозоля и измерении интенсивности излучения методом спектрофотометрии пламени: натрия — при длине волны (589±5) нм, калия — при (768±5) нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотометр пламенный типа ПФ-102 или другие, обеспечивающие требуемую точность измерения.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, раствор с массовой долей 40 %.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, насыщенный раствор.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х. ч.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 %.

Чашка платиновая по ГОСТ 6563, № 112—3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску материала массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, прибавляют 1 см³ серной кислоты, 10—15 см³ фтористоводородной кислоты (если в пробе содержатся органические вещества или свободный углерод, то навеску пробы предварительно прокаливают при (700±20) °С в окислительной среде), выпаривают на закрытой электроплитке при периодическом помешивании до получения влажного остатка, затем приливают 10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха.

Сухой остаток прокаливают в муфельной печи при 700—800 °С в течение 5—10 мин. Остаток в чашке обрабатывают горячей водой, приливают раствор аммиака до появления легкого запаха. Содержимое в платиновой чашке нагревают до кипения, отфильтровывают, собирая фильтрат в стакан вместимостью 100—150 см³. Остаток на фильтре промывают 5—6 раз горячей водой, фильтрат нагревают до кипения, приливают 15—20 см³ насыщенного раствора щавелевокислого аммония и оставляют на 1,5 ч в теплом месте.

Раствор вместе с осадком после охлаждения переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют через сухой фильтр. Первые порции фильтрата отбрасывают. 25—30 см³ раствора используют для определения массы окислов натрия и калия на пламенном фотометре. Анализируемый раствор подносят к всасывающему капилляру пламенного фотометра, измеряют интенсивность излучения при соответствующем определяемому элементу светофильтре: натрия — при длине волны (589±5) нм, калия — при (768±5) нм.

Массу окислов натрия и калия в граммах определяют по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

Стандартный раствор сернокислых солей натрия и калия: 0,5730 г сернокислого натрия и 0,4625 г сернокислого калия, предварительно высушенных в течение 2 ч при 100 °С, растворяют в стакане вместимостью 150—200 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Стандартный раствор в пересчете на окислы с массовой концентрацией окиси натрия 0,00025 г/см³ и массовой концентрацией окиси калия 0,00025 г/см³.

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой аликвотные части стандартного раствора: 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0; 11,0; 13,0; 15,0; 17,0; 20,0 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Приготовленные растворы переносят в стаканчики непосредственно перед их измерением, затем растворы последовательно распыляются и снимаются показания гальванометра по всей серии растворов при установке ручки диска светофильтров в положение измеряемого элемента (натрия или калия).

Для каждого раствора производят три измерения. По средним значениям этих измерений строят градуировочный график в координатах: масса окиси натрия или калия в граммах в 100 см³ раствора — показания шкалы гальванометра (число делений).

Перед началом работы проверяют градуировочный график по одному или двум стандартным растворам.

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю окиси натрия или окиси калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса окиси натрия или окиси калия, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, г.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерений массовой доли окиси натрия и калия приведены в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси натрия (окиси калия), %	Δ, %	Допускаемое расхождение, %		
		$d_к$	d_2	δ
От 0,1 до 0,2 включ.	0,04	0,05	0,04	0,02
Св. 0,2 » 0,5 »	0,06	0,07	0,06	0,04
» 0,5 » 1,0 »	0,08	0,11	0,09	0,05
» 1,0 » 1,5 »	0,12	0,15	0,12	0,08

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСЕЙ НАТРИЯ И КАЛИЯ

(в огнеупорных материалах и изделиях с массовой долей двуокиси циркония до 65 %, кроме бадделеитовых)

3.1. Сущность метода

Измеряют на пламенном фотометре излучения, соответствующие массовым долям щелочных металлов, возникающие при распылении анализируемого раствора в ацетилено-воздушном пламени (длина волны для натрия — 589 нм, для калия — 768 нм).

Междуэлементное влияние и взаимное спектральное влияние щелочных металлов на результаты измерений подавляют с помощью добавляемых растворов, содержащих в избытке конкурирующий катион и комплексообразующий реагент.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотометр пламенный типа ПФ-102 или другие, обеспечивающие требуемую точность измерения.

Чашка платиновая по ГОСТ 6563, № 112—3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, раствор с массовой долей 40 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, х. ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772.

Дополнительный раствор для определения окиси натрия: 100 г двузамещенного фосфорнокислого аммония и 9,4 г хлористого калия растворяют приблизительно в 500 см³ воды, прибавляют 250 см³ соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Дополнительный раствор для определения окиси калия: 100 г двузамещенного фосфорнокислого аммония и 9,4 г хлористого натрия растворяют приблизительно в 500 см³ воды, прибавляют 250 см³ соляной кислоты, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Стандартный раствор хлористого натрия: взвешивают после предварительного высушивания в течение 24 ч при температуре (110±2) °С 0,3772 г хлористого натрия и растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор хлористого натрия с массовой концентрацией окиси натрия 0,0002 г/см³.

Стандартный раствор хлористого калия: после предварительного высушивания в течение 24 ч при (110±2) °С взвешивают 0,3166 г хлористого калия, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор хлористого калия с массовой концентрацией окиси калия 0,0002 г/см³.

Дополнительные и стандартные растворы следует хранить в полиэтиленовых сосудах.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Для приготовления исходного раствора навеску материала массой 1,0 г помещают в платиновую чашку вместимостью 50 см³, осторожно приливают 1 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) и 10 см³ раствора фтористоводородной кислоты. Нагревают на песчаной бане до прекращения выделения паров серной кислоты. Чашку с сухим остатком прокаливают в течение 10—15 мин при (700±10) °С.

Остаток после охлаждения обрабатывают 5 см³ соляной кислоты и 20 см³ воды, накрывают чашку часовым стеклом, растворяют остаток при умеренном нагреве на песчаной бане примерно 15—20 мин.

Если раствор остался мутным, его фильтруют через фильтр «синяя лента». Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки, перемешивают и переливают в сухой полиэтиленовый сосуд.

3.3.2. Для определения массовой доли окиси натрия отбирают пипеткой 25 см³ исходного раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 10 см³ дополнительного раствора для определения окиси натрия, доводят водой до метки и перемешивают. Измеряют интенсивность излучения на пламенном фотометре при длине волны 589 нм и регистрируют соответствующие показания гальванометра. Проводят три измерения и вычисляют среднее значение.

Массу окиси натрия в граммах определяют по градуировочному графику, построенному в тех же условиях.

3.3.3. Для определения массовой доли окиси калия отбирают пипеткой 25 см³ исходного раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 10 см³ дополнительного раствора для определения окиси калия, доводят водой до метки и перемешивают. Измеряют интенсивность излучения на пламенном фотометре при длине волны 768 нм и регистрируют соответствующие показания гальванометра. Производят три измерения и вычисляют среднее значение.

Массу окиси калия в граммах определяют по градуировочному графику, построенному в тех же условиях.

Допускается проводить определение щелочных металлов по методу ограничивающих растворов.

3.3.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика, по которому определяют окись натрия, в шесть из семи мерных колб вместимостью 50 см³ отбирают из бюретки 0,5; 1,0; 5,0; 10,0; 20,0 и 35,0 см³ стандартного раствора окиси натрия. Прибавляют в каждую колбу 10 см³ дополнительного раствора для определения окиси натрия, доводят водой до метки и перемешивают.

Для построения градуировочного графика, по которому определяют окись калия, в шесть из семи мерных колб вместимостью 50 см³ отбирают из бюретки 0,5; 1,0; 5,0; 10,0; 20,0 и 35,0 см³ стандартного раствора окиси калия. Прибавляют в каждую колбу 10 см³ дополнительного раствора для определения окиси калия, доводят водой до метки и перемешивают.

После настройки прибора распыляют контрольный раствор средней концентрации определенного щелочного элемента и устанавливают диафрагму так, чтобы показания гальванометра соответствовали всей шкале или ее определенной части.

Затем устанавливают при распылении раствора контрольного опыта нулевое значение измерительного прибора (гальванометра). После этого последовательно распыляют градуировочные растворы, начиная с наименьшей концентрации. Каждый раствор измеряют по три раза. По средним значениям показания гальванометра и соответствующим им массовым концентрациям окиси натрия (окиси калия) в граммах в 50 см³ строят градуировочные графики для каждого соответственно.

Перед анализом градуировочный график подлежит проверке не менее чем по одному контрольному раствору.

Для определения окисей натрия и калия при массовой доле менее 0,1 % рекомендуется проводить определение из всей навески пробы массой в 1,0 г.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю окиси натрия или окиси калия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot V \cdot 100}{m_1 \cdot V_1},$$

где m — масса окиси натрия (калия), найденная по градуировочному графику, г;

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m_1 — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси натрия (окиси калия), %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,10 до 0,25 включ.	0,03
Св. 0,25 » 0,5 »	0,05
» 0,5 » 1,5 »	0,07
» 1,5	0,10

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством черной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Л. А. Коробка, Г. И. Дмитренко, Л. А. Павлова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.09.84 № 3244

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 13997.9—78

4. Стандарт соответствует СТ СЭВ 4432—83 в части пламенно-фотометрического метода

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	3.2	ГОСТ 4233—77	3.2
ГОСТ 3760—79	2.2	ГОСТ 4234—77	3.2
ГОСТ 3772—74	3.2	ГОСТ 5712—78	2.2
ГОСТ 4145—74	2.2	ГОСТ 6563—75	2.2, 3.2
ГОСТ 4166—76	2.2	ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2	ГОСТ 13997.0—84	1.1

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

7. **ИЗДАНИЕ** с Изменением № 1, утвержденным в ноябре 1989 г. (ИУС 2—90)

gost.e-ecolog.ru