УДК 666.76:543.06:006.354 Группа И29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

Методы определения окисей калия и натрия

Refractory materials and products.
Methods for the determination of
sodium and potassium oxides

ОКСТУ 1509

ГОСТ 2642.11—86

(СТ СЭВ 978—78, СТ СЭВ 2892—81)

Взамен
ГОСТ 2642.11—81

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1986 г. № 1312 срок действия установлен

с 01.07.87
до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, огнеупорные материалы (массы, мертели, порошки) и изделия алюмосиликатные, кремнеземистые, глиноземистые, глиноземо-известковые, магнезиальные и магнезиально-известковые и устанавливает пламенно-фотометрические методы определения окисей калия и натрия при их массовой доле от 0,1 до 2,5 %.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 978—78, СТ СЭВ 2892—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2642.0—86.

2. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСЕЙ КАЛИЯ И НАТРИЯ

(при массовой доле от 0,5 до 2,5 %)

2.1. **Сущность метода**

Метод основан на введении раствора сернокислых солей натрия и калия в пламя горелки в виде аэрозоля и измерении интенсив-

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

ности излучения методом спектрофотометрии пламени: натрия при длине волны (589±5) нм, калия — при (768±5) нм.

2.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Фотометр пламенный.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, насыщенный раствор.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76, х.ч.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145—74, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Чашка из стеклоуглерода № 2.

Чашка платиновая № 118—3 по ГОСТ 6563—75.

Стандартный раствор окисей калия и натрия: 0,4625 г сернокислого калия и 0,5730 г безводного сернокислого натрия, предварительно высушенных в течение 2 ч при (100±5) °С, растворяют в стакане в 150—200 $см^3$ воды, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор в пересчете на окислы с массовой концентрацией окиси калия 0,00025 г/$см^3$ и с массовой концентрацией окиси натрия 0,00025 г/$см^3$.

2.3. **Проведение анализа**

2.3.1. Навеску материала массой 0,2—0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, прибавляют 0,5 $см^3$ серной кислоты, 10—15 $см^3$ раствора фтористоводородной кислоты и медленно выпаривают при помешивании на песчаной бане примерно в течение 1 ч (если в пробе содержатся органические вещества или свободный углерод, навеску пробы предварительно прокаливают при (600±20) °С). Выпаривание ведут до влажных солей, затем снова приливают 10 $см^3$ раствора фтористоводородной кислоты и осторожно 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 прогревают до кипения, отфильтровывают осадок, а фильтрат собирают в стакан вместимостью 150—200 $см^3$. Остаток на фильтре промывают 5—6 раз горячей водой. Фильтрат нагревают до кипения, приливают 15—20 $см^3$ насыщенного раствора щавелевокислого аммония и оставляют на 1,5 ч на теплом месте.

После охлаждения раствор вместе с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают. Отбирают через сухой фильтр, отбросив две порции фильтрата, аликвотную часть раствора 25—30 $см^3$, которую используют для определения окисей калия и натрия.

Полученный раствор подносят к всасывающему капилляру пла-

менного фотометра, измеряют интенсивность излучения калия при светофильтре с длиной волны (768±5) нм и натрия при светофильтре с длиной волны (589±5) нм.

По показателям шкалы гальванометра, отвечающим определенному элементу, находят массу окиси калия и натрия в граммах по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 отбирают аликвотные части стандартного раствора: 5,0; 7,0; 10,0; 12,0; 15,0; 20,0 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Подготовленные растворы непосредственно перед измерением переносят в стаканчики, измеряют по всей серии растворов показания гальванометра на соответствующий элемент (калий или натрий). Каждый раствор измеряют по три раза. По средним значениям измерений строят градуировочный график в координатах: масса окиси натрия или калия в граммах в 100 см^3 — показания шкалы гальванометра (число делений). Перед началом работы проверяют градуировочный график по одному или двум стандартным растворам.

2.4. **Обработка результатов**

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

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

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

m_1 —масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси калия (натрия), %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,5 до 1,0 включ.	0,07
Св. 1,0 » 2,5 »	0,10

3. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСЕЙ КАЛИЯ И НАТРИЯ В МАГНЕЗИАЛЬНЫХ И МАГНЕЗИАЛЬНО-ИЗВЕСТКОВЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

3.1. **Сущность метода**

Измеряют на пламенном фотометре излучения, соответствующие количеству щелочных металлов, возникающие при распыле-

нии анализируемого раствора в ацетиленово-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 дополнительных растворов, содержащих в избытке конкурирующий катион и комплексообразующий реагент.

3.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Фотометр пламенный со всеми принадлежностями.

Термометр ртутный технический стеклянный с ценой деления не более 2°С по ГОСТ 2823—73.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х.ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х.ч.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772—74.

Дополнительный раствор для определения окиси натрия: 100 г двузамещенного фосфорнокислого аммония и 9,4 г хлористого калия растворяют приблизительно в 500 см^3 воды, прибавляют 250 см^3 соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, 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 см^3 воды, прибавляют 250 см^3 соляной кислоты, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор окиси натрия: взвешивают после предварительного высушивания в течение 24 ч при (110±2)°С 0,3772 г хлористого натрия и растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси натрия 0,0002 г/см^3.

Стандратный раствор окиси калия: взвешивают после предварительного высушивания в течение 24 ч при (110±2) °С 0,3166 г хлористого калия, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси калия 0,0002 г/см^3.

Дополнительные и стандартные растворы следует хранить в полиэтиленовых сосудах.

3.3. **Проведение анализа**

3.3.1. Для получения исходного раствора навеску массой 0,5 г обожженного материала или 1,0 г сырья помещают в платиновую чашку вместимостью 50 см^3, осторожно приливают 1 см^3 серной кислоты (1:1) и 10 см^3 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±20)°С.

После охлаждения сухой остаток обрабатывают 5 см³ соляной кислоты и 20 см³ воды и, накрыв ее часовым стеклом, растворяют остаток при умеренном нагреве на песчаной бане 15—20 мин.

Если раствор остался мутным, его фильтруют через плотный фильтр. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки, перемешивают и переливают в сухой полиэтиленовый сосуд.

3.3.2. Для определения окиси натрия отбирают пипеткой 25 см³ исходного раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 10 см³ дополнительного раствора, доводят водой до метки и перемешивают. Измеряют на пламенном фотометре при длине волны 589 нм и регистрируют соответствующие показания прибора. Выполняют три измерения и вычисляют среднее значение. Массу окиси натрия в граммах находят по градуировочному графику, построенному в тех же условиях.

3.3.3. Для определения окиси калия отбирают пипеткой 25 см³ исходного раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 10 см³ дополнительного раствора, доводят водой до метки и перемешивают. Измеряют на пламенном фотометре при длине волны 768 нм и регистрируют соответствующие показания прибора. Выполняют три измерения и вычисляют среднее значение. Массу окиси калия в граммах находят по градуировочному графику, построенному в тех же условиях.

Допускается проводить определение щелочных металлов по методу ограничивающих растворов.

3.3.4. Для построения градуировочного графика, с помощью которого определяют окись натрия (калия), в шесть мерных колб из семи вместимостью по 50 см³ отбирают из бюретки 0,5; 1,0; 5,0; 10,0; 20,0 и 35,0 см³ стандартного раствора окиси натрия (калия), добавляют по 10 см³ дополнительного раствора для определения окиси натрия (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. После этого последовательно распыляют градуировочные растворы, начиная с наименьшей концентрации. Каждый раствор измеряют по три раза. По средним значениям показаний прибора и массовым концентрациям окиси натрия (калия) в граммах строят градуировочные графики для окисей натрия и калия.

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

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

3.4. **Обработка результатов**

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

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

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

V —общий объем исходного раствора, см^3;

m_1 —масса навески, г;

V_1 —объем аликвотной части раствора, см^3;

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

Таблица 2

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

4. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСЕЙ КАЛИЯ И НАТРИЯ В АЛЮМОСИЛИКАТНЫХ И КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

4.1. Массовую долю окисей калия и натрия в огнеупорных глинах, каолинах, шамотных, графитошамотных, полукислых изделиях, а также алюмосиликатных и глиноземистых огнеупорных материалах и изделиях с массовой долей окиси алюминия до 95% и кремнеземистых с массовой долей двуокиси кремния 80% и более определяют по ГОСТ 2642.11—86, разд.3 с применением навесок массой 1,0 г.

4.2. Если анализируемая проба содержит углерод или органические вещества, навеску пробы прокаливают при (700±20)°С в окислительной среде.

5. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСЕЙ КАЛИЯ И НАТРИЯ

(при массовой доле от 0,1 до 0,5%)

5.1. Определение массовой доли окиси натрия (калия) проводят по ГОСТ 13997.11—84, разд. 2.

Изменение № 1 ГОСТ 2642.11—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окисей калия и натрия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 11.04.90 № 857

Дата введения 01.01.91

На *обложке и первой странице под обозначением* стандарта дополнить обозначением: **СТ СЭВ 6586—89.**

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «и атомно-абсорбционный метод для магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалов и изделий при массовой доле окисей калия и натрия свыше 0,002 %»;

второй абзац дополнить ссылкой: СТ СЭВ 6586—89.

Стандарт дополнить разделом — 6:

(Продолжение см. с. 162)

«6. Атомно-абсорбционный метод определения окисей калия и натрия в магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях
(при массовой доле окисей калия и натрия свыше 0,002 %)

6.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции раствора пробы в пламени воздух-ацетилен при резонансной длине волны 766,5 нм для окиси калия и 589,0 нм — для окиси натрия.

6.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источниками излучения для калия и натрия.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота хлорная.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75, насыщенный раствор.

Цезий хлористый особо чистый.

(Продолжение см. с. 163)

Ионизационный буфер: 12,67 г хлористого цезия растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают; раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Стандартный раствор окиси калия: 1,5830 г хлористого калия, предварительно высушенного в течение 24 ч при 110 °С, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают; раствор хранят в пластмассовом сосуде.

1 см³ раствора содержит 1,000 мг окиси калия. Разбавленный стандартный раствор окиси калия:

отбирают пипеткой 50 см³ стандартного раствора окиси калия в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 1 см³ соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят в день применения.

1 см³ раствора содержит 0,050 мг окиси калия.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Стандартный раствор окиси натрия: 1,8860 г хлористого натрия, предварительно высушенного в течение 24 ч при 110 °С, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают; раствор хранят в пластмассовом сосуде.

1 см³ раствора содержит 1,000 мг окиси натрия.

Разбавленный стандартный раствор окиси натрия: отбирают пипеткой 50 см³ стандартного раствора окиси натрия в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 1 см³ соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят в день применения.

1 см³ раствора содержит 0,050 мг окиси натрия.

6.3 Подготовка к анализу

6.3.1. Навеску пробы массой 1,0 г сырья или 0,5 г обожженного материала помещают в платиновую чашку или в стакан из тефлона, смачивают водой и накрывают часовым стеклом. Затем приливают по частям 20 см³ раствора соляной кислоты и нагревают до растворения пробы. Горячий раствор фильтруют через плотный фильтр. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Фильтр с нерастворимым остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, осторожно озоляют и быстро сжигают над горелкой. После охлаждения остаток в тигле смачивают двумя каплями воды, добавляют 8 см³ раствора фтористоводородной кислоты, 1 см³ хлорной кислоты и выпаривают на песчаной бане до выделения белых паров. Процесс выпаривания в случае необходимости повторяют. После охлаждения в чашку приливают 5 см³ раствора соляной кислоты, 5 см³ насыщенного раствора борной кислоты и нагревают до растворения оставшихся солей.

Затем переносят содержимое в мерную колбу с фильтратом, добавляют 10 см³ ионизационного буферного раствора, доводят до метки водой, перемешивают и переливают в сухой пластмассовый стакан.

Приготовленный раствор должен быть прозрачным. В случае появления мути аликвотную часть раствора фильтруют через сухой плотный фильтр в сухой стакан. Первые две части фильтрата отбрасывают; следующую порцию используют для анализа.

6.3.2. Для определения массовой концентрации окисей калия и натрия предварительно измеряют абсорбцию и, в случае необходимости, исходный раствор разбавляют водой, добавляют ионизационный буферный раствор, чтобы его концентрация осталась на уровне исходного раствора.

6.3.3. Параллельно выполняют подготовку контрольного опыта на все применяемые реактивы.

6.4. Проведение анализа

Раствор пробы, приготовленный по п. 6.3.1 или 6.3.2, распыляют в обедненное воздушно-ацетиленовое пламя. Для определения окиси калия используют резонансную длину волны 766,5 нм, а для определения окиси натрия — 589,0 нм. Записывают значения сигнала трех измерений. На основе средних результатов

(Продолжение см. с. 164)

измерений находят массовую концентрацию окиси калия (натрия) по градуировочному графику.

Одновременно с анализом проб градуируют прибор по стандартным растворам или растворам стандартных образцов. Параллельно измеряют раствор контрольного опыта.

Для градуировки прибора непосредственно (в единицах концентрации) или для построения градуировочного графика готовят серию стандартных растворов в диапазоне концентрации от 0,20 до 4,00 мг/см^3 окиси калия (натрия).

Для этого в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см^3 отмеряют из бюретки 0,2; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см^3 разбавленного стандартного раствора окиси калия (натрия).

Во все колбы добавляют по 5 см^3 насыщенного раствора борной кислоты, 5 см^3 раствора соляной кислоты и 10 см^3 ионизационного буферного раствора. Затем доводят до метки водой, тщательно перемешивают и переливают в сухие пластмассовые сосуды.

Стандартный раствор «нулевой» концентрации окиси калия (натрия), содержащий только примеси, используют для получения «нуля», относительно которого измеряют стандартные растворы. Измерение значений аналитических сигналов стандартных растворов проводят непосредственно перед измерением анализируемых проб и повторяют после окончания измерений в тех же условиях. На основе полученных средних результатов измерений и соответствующих им массовым концентрациям окисей калия (натрия) строят градуировочный график.

В процессе измерения неоднократно проверяют правильность результатов измерения по растворам стандартных образцов.

Наибольшая концентрация стандартного раствора имеет только информационное значение, так как приборы, имеющие корректор кривизны, позволяют измерять более высокие концентрации.

Параллельно с измерением атомной абсорбции растворов проб измеряют атомную абсорбцию растворов контрольного опыта.

7. Обработка результатов

7.1. Массовую долю окиси калия (X_2) и окиси натрия (X_3) в процентах вычисляют по формулам:

$$X_2 = \frac{C \cdot V \cdot z \cdot 10^{-1}}{m};$$

$$X_3 = \frac{C \cdot V \cdot z \cdot 10^{-1}}{m},$$

где C — массовая концентрация окиси калия (натрия), найденная по градуировочному графику или отсчитанная по прибору с цифровым отсчетом показаний с учетом контрольного опыта, мг/см^3;

V — общий объем исходного раствора, см^3;

z — фактор разбавления;

m — масса навески пробы, г.

7.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси калия или окиси натрия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,002 до 0,005 включ.	0,0006
Св. 0,005 » 0,010 »	0,001
» 0,01 » 0,02 »	0,002
» 0,02 » 0,05 »	0,005
» 0,05 » 0,10 »	0,01

(Продолжение см. с. 165)

Продолжение табл. 3

Массовая доля окиси калия или окиси натрия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
» 0,10 » 0,20 »	0,02
» 0,20 » 0,50 »	0,03
» 0,50 » 1,0 »	0,05
» 1,0 » 2,0 »	0,10
» 2,0 » 5,0 »	0,15
» 5,0	0,20

(ИУС № 7 1990 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2642.11—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окисей калия и натрия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 07.02.92 № 119

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта изложить в новой редакции: **«Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения окисей калия и натрия**

Refactories and refractory raw materials. Methods for the determination of sodium and potassium oxides».

(Продолжение см. с. 136)

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначения: **(СТ СЭВ 978—78, СТ СЭВ 2892—81, СТ СЭВ 6586—89)**.

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия алюмосиликатные, кремнеземистые, глиноземистые, глиноземоизвестковые, высокомагнезиальные и магнезиально-известковые и устанавливает пламенно-спектрометрический и пламенно-фотометрические методы определения окисей калия и натрия»;

второй абзац исключить.

(Продолжение см. с. 137)

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2. Пламенно-спектрометрический метод определения окисей калия и натрия (при массовой доле окисей калия и натрия от 0,1 до 5 %)

2.1. Сущность метода

Метод основан на возбуждении атомов калия и натрия в пламени пропан-бутан-воздух, ацетилен-воздух или природный газ — воздух и измерении интенсивности возникающего характерного излучения определяемых элементов — калия при длине волны 766,5 нм и натрия при длине волны 589,0 нм.

Взаимное влияние щелочных элементов устраняется введением в раствор соли цезия.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотометр пламенный или атомно-абсорбционный спектрофотометр.

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

Кислота фтористо-водородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Натрий серно-кислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Калий серно-кислый по ГОСТ 4145—74.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Цезий хлористый по ТУ 6—09—4066—75 или другие соли цезия, раствор с массовой долей 1,5 %.

Чашки платиновые по ГОСТ 6563—75 или из стеклоуглерода.

Стандартный раствор окиси калия: 1,583 г хлористого калия, предварительно прокаленного при температуре 500 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в 200 см^3 воды. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. 1 см^3 раствора соответствует 0,001 г окиси калия (раствор А).

Стандартный раствор окиси натрия: 1,886 г хлористого натрия, предварительно прокаленного при температуре 500 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в 200 см^3 воды. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. 1 см^3 раствора соответствует 0,001 г окиси натрия (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор: по 25 см^3 стандартных растворов окисей калия и натрия (растворы А) помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. 1 см^3 раствора соответствует 0,0001 г окисей калия и натрия (раствор Б).

Для приготовления стандартных растворов окисей калия и натрия допускается использовать серно-кислые соли калия и натрия, предварительно высушенные при температуре (100±5) °С до постоянной массы, в количестве 2,2918 г серно-кислого натрия и 1,8499 г серно-кислого калия и далее вести приготовление стандартных растворов А и Б как описано выше.

2.3. Проведение анализа

Навеску материала 0,2 г (при массовой доле окисей калия или натрия до 0,5 %) и 0,1 г (при массовой доле окисей свыше 0,5 %) помещают в платиновую чашку, смачивают водой, прибавляют 3 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, 10—15 см^3 фтористоводородной кислоты и ведут растворение при слабом нагреве до разложения силикатов. Затем усиливают нагревание и выпаривают раствор до прекращения выделения паров серного ангидрида.

К сухому остатку прибавляют 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают, приливают 25—30 см^3 горячей воды и снова нагревают до растворения основной массы солей. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 4 см^3 раствора соли цезия, доводят водой до метки и перемешивают. Если растворы мутные, их фильтруют через сухой фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата. При массовой доле окисей калия или натрия 1,5—3,0 % для анализа берут аликвотную часть раствора 25 см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3, а при более 3 % — в колбу вместимостью 100 см^3.

(Продолжение см. с. 138)

Полученные растворы вводят в пламя измерительного прибора и измеряют интенсивность излучения калия при длине волны 766,5 нм и натрия при длине волны 589,0 нм.

Процесс фотометрирования для каждого раствора проводят дважды и берут среднее значение интенсивности излучения. При смене растворов систему распыления промывают водой.

Для внесения в результат анализа поправки на содержание окисей калия и натрия в реактивах через всё стадии анализа проводят контрольный опыт. Массовые доли окисей калия и натрия находят по градуировочному графику.

2.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают аликвотные части градуировочного стандартного раствора Б: 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 см^3, прибавляют по 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, по 4 см^3 раствора соли цезия, доводят до метки водой, перемешивают и измеряют интенсивность полученных растворов, как указано в п. 2.3.

Контрольный опыт получают в соответствии с п. 2.3 без добавления градуировочного стандартного раствора окисей калия и натрия.

По найденным значениям интенсивности излучения растворов за вычетом значения интенсивности излучения раствора контрольного опыта и соответствующим им массам окисей калия или натрия строят градуировочный график.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю окисей калия или натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески, г;

K — коэффициент разбавления.

2.5.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли окисей калия и натрия приведены в таблице.

Массовая доля окисей калия и натрия, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %			
	Δ	$d_к$	d_1	δ
От 0,1 до 0,2 включ.	0,04	0,05	0,04	0,03
Св. 0,2 » 0,5 »	0,06	0,07	0,06	0,04
» 0,5 » 1 »	0,08	0,11	0,09	0,05
» 1 » 2 »	0,12	0,15	0,12	0,08
» 2 » 5 »	0,20	0,25	0,20	0,15

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окисей калия и натрия приведены в таблице».

Разделы 5—7 исключить.

(ИУС № 5 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru