

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КАОЛИН ОБОГАЩЕННЫЙ

МЕТОД СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 25567—82

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.361.2 : 543.42 : 006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАОЛИН ОБОГАЩЕННЫЙ

Метод спектрального анализа

Concentrated kaolin.
Spectrum analysis method

ГОСТ 25567—82*

ОКСТУ 5709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 декабря 1982 г. № 5302 срок действия установлен

с 01.01.84
до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на обогащенный каолин и устанавливает спектральный метод определения содержания окиси железа, двуокиси титана, окиси кальция, окиси магния, закиси марганца и окиси меди.

Метод основан на сжигании пробы каолина в смеси с буферным порошком в канале угольного электрода, фотографировании спектра излучения на фотопластинку и количественном определении содержания окислов элементов по интенсивности их спектральных линий.

Спектральный анализ проводится с применением в качестве элемента сравнения германия или меди в случаях, когда не требуется ее определение.

Метод обеспечивает определение массовых долей окислов элементов-примесей в следующем диапазоне содержаний, в процентах:

Fe_2O_3	— от	0,1	до 1,5;
TiO_2	— »	0,1	» 1,5;
CaO	— »	0,1	» 1,5;
MgO	— »	0,02	» 0,5;
MnO	— »	0,001	» 0,03;
CuO	— »	0,0003	» 0,01.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (декабрь 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1985 г. (ИУС 10—85).*

© Издательство стандартов, 1987

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Для проведения спектрального анализа среднюю пробу каолина перемешивают, сокращают до массы не менее 100 г, сушат в течение 1 ч при 105—110°С и измельчают в агатовой или халцедоновой ступке до размера частиц, проходящих через сито с сеткой № 0063 по ГОСТ 6613—73, сушат около 2 ч при 105—110°С до постоянной массы и хранят в эксикаторе.

1.2. Определение проводят параллельно не менее чем на двух навесках каолина.

1.3. При проведении анализа применяют реактивы и материалы «спектрально чистые».

1.4. Градуировочные графики проверяют по стандартным образцам «Шамот К2», или «Муллитовый огнеупор К-3», или «Каолин КК», или «Пегматит СО-1Б-74».

1.5. Стандартный образец подготавливают к анализу и проводят через все его стадии аналогично пробам каолина.

1.6. Периодичность проверки правильности построения градуировочных графиков — на каждую партию анализируемых проб.

1.7. При отклонении воспроизведенных значений содержания примесей в стандартном образце от аттестованных значений, обозначенных в свидетельстве на него, анализ необходимо повторить.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

спектрограф кварцевый средней дисперсии, типа ИСП-30 со стандартной трехлинзовой системой освещения щели или аналогичный;

источник питания дуги постоянного тока 250 В, 25 А, типа УГЭ-4 или аналогичный;

спектропроектор типа СПП-2 или аналогичный;

микрофотометр типа ИФО-460 или аналогичный;

секундомер типа СДСпр-1А-2 или аналогичный;

шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева 110°С, типа 2В-151 или аналогичный;

весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г, типа ВЛР-200 или аналогичные;

ступки агатовые или халцедоновые, или яшмовые с внутренним диаметром 60—100 мм;

кюветы для фоторабот размером 150×300 мм;

фотопластинки для промышленных и научных целей спектрографические типа I;

электроды угольные спектральные марки С-2 или С-3, диаметром 6 мм, длиной 60 мм;

порошок графитовый марки ОСЧ 7—4;

кальку бумажную натуральную по ГОСТ 892—70;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

германий (IV) окись для спектрального анализа;

стронций углекислый для спектрального анализа;

стандартный образец шамот К-2, или муллитовый огнеупор К-3, или пегматит СО-1Б-74, или каолин КК;

метол (пара-метиламинофено сульфат) по ГОСТ 5.1177—71;

гидрохинон по ГОСТ 19627—74;

натрий сернистокислый по ГОСТ 195—77, ч. д. а.;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79, ч. д. а.;

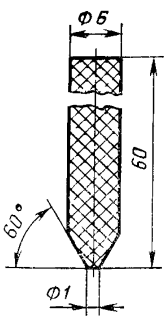
калий бромистый по ГОСТ 4160—74, ч. д. а.;

натрий серноватистокислый, ч. д. а.;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, ч. д. а.;

образцы сравнения каолина в количестве не менее пяти; готовят из каолинов разного состава (см. обязательное приложение).

2.2. Допускается применять импортные материалы и аппаратуру, имеющие точность не ниже указанной в п. 2.1.



3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. **Подготовка угольных электродов**

3.1.1. Электроды для анализа готовят из угольных стержней. Форма и размеры электродов указаны на чертеже.

3.2. **Подготовка растворов**

3.2.1. Приготовление проявителя

Проявитель готовят из равных объемов растворов I и II, имеющих следующий состав:

раствор I:

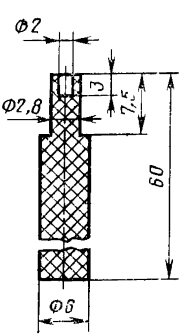
метол — 2 г,

гидрохинон — 10 г,

натрий серноватистокислый безводный — 52 г,

вода дистиллированная — 1 дм³.

Навески растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если нужно, фильтруют;



раствор II:
натрий углекислый безводный — 16 г,
калий бромистый — 2 г,
вода дистиллированная — 1 дм³.

Навески растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если нужно, фильтруют.

3.2.2. Приготовление фиксажа

Раствор фиксажа имеет следующий состав:
натрий серноватистокислый — 250 г;
аммоний хлористый — 50 г;
вода дистиллированная — 1 дм³.

Навески растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если нужно, фильтруют.

Взвешивание фотореактивов производят с погрешностью не более 0,1 г.

3.3. **Приготовление буферной смеси с окисью (IV) германия**

Буферная смесь состоит из 77,68% угольного порошка, 22,22% углекислого стронция и 0,1% окиси (IV) германия. Для более равномерного перемешивания окиси (IV) германия с угольным порошком и углекислым стронцием смесь готовят в три приема в соответствии с табл. 1—3.

Таблица 1

Приготовление смеси 1

Наименование реактива	Массовая доля, %	Масса, г
Окись (IV) германия	1	0,1000
Угольный порошок	99	9,9000

Таблица 2

Приготовление смеси 2

Наименование реактива	Массовая доля, %	Масса, г
Смесь 1	30	3,0000
Угольный порошок	70	7,0000

Таблица 3

Приготовление смеси 3

Наименование реактива	Массовая доля, %	Масса, г
Смесь 2	33,33	7,5000
Угольный порошок	44,44	10,0000
Углекислый стронций	22,22	5,0000

Каждая смесь перемешивается в агатовой ступке в течение 2 ч с этиловым спиртом. Для проверки чистоты буферной смеси фотографируют ее спектр в условиях анализа (см. разд. 4). На спектрограмме должны отсутствовать аналитические линии определяемых элементов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. **Приготовление буферной смеси с окисью (II) меди**

Буферная смесь состоит из 69% угольного порошка, 30% углекислого стронция и 1% окиси меди. Для более равномерного перемешивания окиси меди с угольным порошком и углекислым стронцием буферную смесь готовят в два приема в соответствии с табл. 3*а* и 3*б*.

Таблица 3а

Приготовление смеси 4

Наименование реактива	Массовая доля, %	Масса, г
Окись (II) меди	10	1,0000
Угольный порошок	90	9,0000

Таблица 3б

Приготовление смеси 5

Наименование реактива	Массовая доля, %	Масса, г
Смесь 4	10	1,0000
Углекислый стронций	30	3,0000
Угольный порошок	60	6,0000

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску каолина из пробы, подготовленной по п. 1.1, и образцы сравнения смешивают с буфером в соотношении 1 : 19 (0,0300 г каолина и 0,5700 г буферной смеси 3 или буферной смеси 5). Перемешивание производят в агатовой ступке с добавлением 5—10 см^3 этилового спирта в течение 15 мин, затем подсушивают смесь под инфракрасной лампой или в сушильном шкафу при 105—110°С в течение 10 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Смесью каолина с буфером, а также каждого образца сравнения с буфером наполняют по три электрода — десятикратным погружением их в смеси поступательно-вращательным движением.

4.3. Электрод со смесью каолина с буфером укрепляют в нижнем зажиме штатива, а конусообразный электрод — в верхнем зажиме так, чтобы между электродами было расстояние 2 мм и конус верхнего электрода располагался строго над углублением нижнего электрода. Электрод с каолином является анодом.

4.4. Включают ток, верхний и нижний электроды сводят друг с другом и через 1 с электроды разводят на расстояние 2 мм. Во время съемки сохраняют постоянное расстояние между электродами.

4.5. На среднем конденсоре устанавливают прямоугольную диафрагму высотой 2 мм. Ширина щели спектрографа 0,015—0,020 мм. Ширина щели спектрографа и промежуточная диафрагма могут быть несколько изменены в соответствии с используемыми приборами. Сила тока дуги — 12 А. Время экспозиции — 60 с.

4.6. Каждую смесь каолина с буфером и образцы сравнения сжигают в разбивку по три раза на одной пластинке.

4.7. Фотопластинку обрабатывают в строго постоянных условиях:

температура проявителя — 20—22°С;

время проявления — согласно указанному на упаковке фотопластинок;

время закрепления — 10 мин.

Промывают фотопластинку в проточной воде в течение 15 мин, ополаскивают дистиллированной водой и сушат.

После обработки фотопластинки фотометрируют линии, указанные в табл. 4. Аналитические линии находят по атласу спектральных линий с помощью спектропроектора.

Таблица 4

Определяемый компонент	Длина волны аналитической линии, нм		Массовая доля окиси определяемого элемента, в каолине, %
	определяемого элемента	элемента сравнения	
Fe_2O_3	Fe 287,793	Ge 270,906	От 0,1 до 1,5
Fe_2O_3	Fe 296,690	Ge 303,906	» 0,1 » 1,5
TiO_2	Ti 308,802	Ge 303,906	» 0,1 » 1,0
TiO_2	Ti 295,613	Ge 303,906	» 0,3 » 1,5
CaO	Ca 315,887	Ge 303,906	» 0,1 » 1,5
MgO	Mg 277,983	Ge 270,906	» 0,02 » 0,5
MnO	Mn 280,106	Ge 270,906	» 0,001 » 0,03
CuO	Cu 324,754	Ge 303,906	» 0,0003 » 0,01
Fe_2O_3	Fe 287,793	Cu 282,437	» 0,1 » 1,5
Fe_2O_3	Fe 296,690	Cu 282,437	» 0,1 » 1,5
TiO_2	Ti 308,802	Cu 282,437	» 0,1 » 1,5
TiO_2	Ti 295,613	Cu 282,437	» 0,3 » 1,5
CaO	Ca 317,933	Cu 282,437	» 0,1 » 1,5
MgO	Mg 277,983	Cu 282,437	» 0,02 » 0,5
MnO	Mn 280,106	Cu 282,437	» 0,001 » 0,03

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Разность почернений (ΔS) линии определяемого элемента и линии сравнения вычисляют по формуле

$$\Delta S = S_{опр} - S_{Ge},$$

где $S_{опр}$ — почернение линии определяемого элемента;

S_{Ge} — почернение линии сравнения (германия).

5.2. Среднюю разность почернений ($\Delta S_{ср}$) трех спектров вычисляют по формуле

$$\Delta S_{ср} = \frac{\Delta S_1 + \Delta S_2 + \Delta S_3}{3},$$

где ΔS_1, ΔS_2, ΔS_3 — разности почернений соответственно трех спектров.

5.3. Градуировочные графики строят для всех стандартных образцов. Экстраполяция за пределы стандартных образцов не допускается. Градуировочные графики строят в координатах $\Delta S_{ср} - \lg C$,

где C — массовая доля определяемого окисла элемента в стандартных образцах в процентах.

5.4. Массовую долю окислов элементов в каолине в процентах определяют по градуировочным графикам.

5.5. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ указаны в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля окиси определяемого элемента в каолине, %	Допускаемое расхождение, %
От 1,0 до 1,5	0,1
» 0,5 » 1,0	0,07
» 0,1 » 0,5	0,05
» 0,01 » 0,1	0,007
» 0,001 » 0,01	0,001
» 0,0003 » 0,001	0,0002

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенную величину, определение повторяют на новых навесках.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦОВ СРАВНЕНИЯ ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА КАОЛИНА

Для приготовления образцов сравнения каолина подбирают пробы с различным содержанием примесей.

Для каждого определяемого элемента число образцов сравнения должно быть не менее пяти и они должны охватывать весь диапазон определяемых содержаний, а именно массовая доля определяемого окисла в одном образце сравнения не должна отличаться от массовой доли примеси во втором, последующем по содержанию образце сравнения, более чем в два раза

Пробы для приготовления образцов сравнения отбирают массой около 1 кг, просеивают через сито с сеткой № 0063 по ГОСТ 6613—73. Остаток на сите измельчают в агатовой ступке до полного прохождения через сито Далее пробу тщательно перемешивают в течение 3—4 ч. Из подготовленной пробы квартованием отбирают частные пробы массой по 80—100 г каждая. Эти пробы подвергают химическому и спектральному анализу в двух-трех разных лабораториях.

Новые образцы сравнения готовятся по мере необходимости Срок годности образцов сравнения — 5 лет.

Редактор *Т. П. Шашина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *С. И. Ковалева*

Сдано в наб. 14.10.86 Подп. в печ. 20.02.87 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,52 уч.-изд. л.
Тираж 4000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 5131.

Группа А59

Изменение № 2 ГОСТ 25567—82 Каолин обогащенный. Метод спектрального анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.08.88 № 2840

Дата введения 01.01.89

Пункт 1.1. приложение. Заменить ссылку ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86.

(Продолжение см. с. 86)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25567—82)

Пункт 2.1. Восьмой абзац изложить в новой редакции: «весы лабораторные 2-го класса точности с погрешностью измерения не более 0,0005 по ГОСТ 24104—80»;

заменить ссылку: ГОСТ 5.1177—71 на ГОСТ 25664—83.

Пункт 4.2.1. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

(ИУС № 12 1988 г.)

gost.e-ecolog.ru