УДК 622.341.1:543.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ

Методы определения содержания окиси калия и окиси натрия

Iron ores, concentrates and agglomerates. Methods of determination of kalium oxide and natrium oxide content

ГОСТ 23581.10—79

Взамен ГОСТ 12759—67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 апреля 1979 г. № 1500 срок действия установлен

с 01.01.81
до 01.01.86

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты и агломераты и устанавливает пламенно-фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения окиси калия и окиси натрия при массовой доле их от 0,010 до 2,0 %.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Переиздание. Сентябрь 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по СТ СЭВ 1224—78.

2. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

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

Влияние кальция устраняется путем использования монохроматоров, взаимное влияние щелочных элементов (натрия, лития и др.) — введением в раствор соли цезия.

При возникновении разногласий в оценке качества руды, концентрата или агломерата по показателю «содержание окиси калия и натрия» определение проводят пламенно-фотометрическим методом.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

фотометр фотоэлектрический пламенный с монохроматором;

ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457—75;

пропан-бутан;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1:1;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:1;

кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10484—78;

цезий азотнокислый, раствор 15 г/дм^3;

стандартные растворы калия:

раствор А: 1,583 г хлористого калия, предварительно прокаленного при 500 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в 200 см^3 воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора соответствует 1 мг окиси калия;

раствор Б: 25 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора соответствует 0,1 мг окиси калия;

стандартные растворы натрия:

раствор А: 1,886 г хлористого натрия, предварительно прокаленного при 500 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в 200 см^3 воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 доводят до метки во-

дой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 1 мг окиси натрия;

раствор Б: 25 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,1 мг окиси натрия.

Растворы калия и натрия хранят в полиэтиленовой посуде.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Масса навески руды, концентрата или агломерата в зависимости от содержания окисей калия или натрия указана в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси натрия (калия), %	Масса навески, г
От 0,01 до 0,1	1
Св. 0,1 » 0,5	0,4
» 0,5 » 1	0,2
» 1 » 2	0,1

Навеску помещают в платиновую чашку, прибавляют 5—10 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения большей части окислов железа. Затем прибавляют 5—10 см³ фтористоводородной кислоты (в зависимости от содержания двуокиси кремния), 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и продолжают растворение при слабом нагревании до разложения силикатов. Затем усиливают нагревание и выпаривают раствор до прекращения выделения паров серного ангидрида.

2.2.2. К сухому остатку прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают раствор до растворения солей. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ прибавляют 4 см³ раствора азотнокислого цезия (при содержании окиси натрия более 1 %), доводят до метки водой и перемешивают. Если растворы мутные, их фильтруют через сухой фильтр средней плотности, отбрасывая первые порции фильтрата.

2.2.3. Полученные растворы вводят в пламя ацетилен — воздух или пропан — бутан — воздух пламенного фотометра и измеряют интенсивность возникающего излучения калия при длине волны 766,5 нм, 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 натрия или калия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденным значениям интенсивности излучения исследуемого раствора за вычетом интенсивности излучения раствора кон-

трольного опыта, полученного параллельно с анализом, находят содержание окиси калия или окиси натрия по градуировочному графику или по методу ограничивающих растворов.

2.2.4. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 1; 2,5; 5; 10; 20 см³ стандартных растворов Б калия и натрия, что соответствует 0,1; 0,25; 0,5; 1,0; 2,0 мг окиси калия или окиси натрия, прибавляют по 5 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, по 4 см³ раствора азотнокислого цезия (если он вводится в анализируемые растворы), разбавляют до метки водой, перемешивают и измеряют интенсивность полученных растворов, как указано в п. 2.2.3.

2.2.5. Контрольный опыт получают в соответствии с п. 2.2.4 без добавления стандартных растворов калия и натрия.

По найденным значениям интенсивности излучения растворов для градуировочного графика за вычетом значения интенсивности излучения раствора контрольного опыта и соответствующим им содержаниям окиси калия или окиси натрия строят градуировочный график.

2.2.6. При нахождении содержания окиси калия и окиси натрия по методу ограничивающих растворов интенсивность излучения испытуемого раствора сравнивают с интенсивностью излучения двух стандартных растворов, полученных согласно п. 2.2.4. Интенсивность излучения одного раствора на 10 % выше и второго на 10 % ниже интенсивности излучения анализируемого раствора.

2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot K \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса окиси калия (натрия) в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику или по формуле, указанной ниже, мг/см³;

V — объем фотометрируемого раствора, см³;

K — коэффициент пересчета содержания окиси калия (натрия) на содержание ее в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_г},$$

где $W_г$ — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %;

m — масса навески в объеме фотометрируемого раствора, г.

Величину m_1 для метода ограничивающих растворов вычисляют по формуле

$$m_1 = m_2 + \frac{(m_3 - m_2)(b - b_1)}{b_2 - b_1},$$

где m_2 — масса окиси калия (натрия) в стандартном растворе, концентрация которого меньше по сравнению с раствором анализируемой пробы, мг/см³;

m_3 — масса окиси калия (натрия) в стандартном растворе, концентрация которого больше по сравнению с раствором анализируемой пробы, мг/см³;

b — показание регистрирующего прибора для раствора анализируемой пробы за вычетом показания прибора для раствора контрольного опыта;

b_1 — показание регистрирующего прибора для стандартного раствора с концентрацией m_2 за вычетом показания прибора для раствора контрольного опыта;

b_2 — показание регистрирующего прибора для стандартного раствора с концентрацией m_3 за вычетом показания прибора для раствора контрольного опыта.

2.3.2. Допускаемые расхождения — по п. 3.3.2.

3. МЕТОД АТОМНОЙ АБСОРБЦИИ

Метод основан на измерении поглощения излучения спектральных высокочастотных ламп атомами калия и натрия по резонансной линии калия 766,5 нм и натрия — 589,0 нм. Для атомизации анализирумых руды, концентрата или агломерата используется пламя ацетилен — воздух.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр атомно-абсорбционный;

ацетилен растворенный по ГОСТ 5457—75;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:1;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:1;

кислоту фтористоводородную (плавиковую) по ГОСТ 10484—78;

стандартные растворы калия:

раствор А: 1,583 г хлористого калия, предварительно прокаленного при температуре 500 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 200 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 1 мг окиси калия;

раствор Б: 10 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,01 мг окиси калия;

стандартные растворы натрия:

раствор А: 1,886 г хлористого натрия, предварительно прокаленного при температуре 500 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 200 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 1 мг окиси натрия;

раствор Б: 10 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,01 мг окиси натрия.

Растворы калия и натрия хранят в полиэтиленовой посуде.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску руды, концентрата или агломерата массой 0,5 г разлагают в соответствии с п. 2.2.1.

3.2.2. К сухому остатку прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и кипятят до растворения солей. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

3.2.3. От полученного раствора отбирают аликвотную часть, содержащую не более 0,2 мг окиси калия и не более 0,1 мг окиси натрия, помещают ее в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор распыляют в пламени ацетилен — воздух атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию калия при длине волны 766,5 нм и натрия при длине волны 589,0 нм.

При смене растворов систему промывают водой и проверяют нуль прибора.

Для внесения в результат анализа поправки на содержание окисей калия и натрия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденным значениям абсорбции исследуемого раствора за вычетом абсорбции раствора контрольного опыта, полученного параллельно с пробами, находят содержание окиси калия и окиси натрия по градуировочному графику или по методу ограничивающих растворов.

3.2.4. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 1, 5, 10, 15, 20 см³ стандартного раствора калия Б, что соответствует 0,01; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 мг окиси калия и 2, 5, 7, 10, 15 см³ стандартного раствора натрия Б, что соответствует 0,02; 0,05; 0,07; 0,10; 0,15 мг окиси натрия, прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной

1:1, разбавляют до метки водой, перемешивают и измеряют абсорбцию растворов, как указано в п. 3.2.3.

3.2.5. Контрольный опыт для градуировочного графика получают в соответствии с п. 3.2.4 без добавления стандартных растворов калия и натрия.

По найденным значениям абсорбции растворов для градуировочного графика за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта и соответствующим им содержаниям окиси калия и окиси натрия строят градуировочный график.

3.2.6. При нахождении содержания окиси калия и окиси натрия по методу ограничивающих растворов абсорбцию испытуемого раствора сравнивают с абсорбцией двух стандартных растворов, полученных согласно п. 3.2.4. Абсорбция одного раствора на 10 % выше и второго на 10 % ниже абсорбции анализируемого раствора.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю окиси калия (натрия) (X) в процентах вычисляют, как указано в п. 2.3.1.

3.3.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси калия (натрия), %	Допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,02	0,01
Св. 0,02 » 0,05	0,015
» 0,05 » 0,1	0,03
» 0,1 » 0,2	0,04
» 0,2 » 0,5	0,06
» 0,5 » 1	0,1
» 1 » 2,5	0,15

Изменение № 1 ГОСТ 23581.10—79 Руды железные, концентраты и агломераты. Методы определения окиси калия и окиси натрия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.07.85 № 2137 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименование стандарта проставить код: ОКСТУ 0709.

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «**Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения содержания окиси калия и окиси натрия**

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets. Methods of determination of kalium oxide and natrium oxide content».

(Продолжение см. с. 58)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23581.10—79)

Вводная часть. Заменить слова: «и агломераты» на «агломераты и окатыши».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 1224—78 на ГОСТ 23581.0 – 80.

Пункт 2.2.1. Второй абзац. Заменить слова: «5—10 см³ соляной кислоты» на «10—20 см³ соляной кислоты».

Пункты 2.2.2, 3.2.2 до слов «раствор охлаждают» изложить в новой редакции: «К сухому остатку прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают, затем прибавляют 20—30 см³ воды и вновь нагревают до растворения основной массы солей».

Пункт 3.3.2. Таблица 2. Графа «Массовая доля окиси калия (натрия), %». Заменить значение: 2,5 на 2;

исключить слово: «параллельных».

(ИУС № 10 1985 г.)

gost.e-ecolog.ru