Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕ

Метод определения оксидов натрия и калия

ГОСТ 20300.8—90

Baddeleyite-corundum refractories.
Method for determination of sodium oxide and potassium oxide

МКС 81.080
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения оксидов натрия и калия (при массовой доле оксидов натрия и калия до 1,5 %) в огнеупорных бадделеито-корундовых изделиях.

Метод основан на фотометрировании раствора сернокислого натрия или калия на пламенном фотометре.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20300.1.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотометр пламенный по НТД или атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Чашка платиновая № 118—3 по ГОСТ 6563.

Шпатель платиновый № 11 или 12 по ГОСТ 6563.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484, раствор с массовой долей 40 %.

Газ пропан-бутан по ГОСТ 20448 или ацетилен по нормативно-технической документации.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску пробы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой и смешивают с 2,5 $см^3$ серной кислоты и с 7—10 $см^3$ фтористоводородной кислоты.

Смесь выпаривают на воздушной бане, нагревая сначала до появления паров серной кислоты, а затем до их обильного выделения. Нагревание на воздушной бане продолжают до получения сухого остатка. Сухой остаток прокаливают на горелке при 700—800 °С до тех пор, пока не перестанут выделяться пары серного ангидрида. При охлаждении содержимое чашки обрабатывают небольшим количеством горячей воды (5—7 $см^3$). Затем подогревают чашку на электрической плитке, доводя ее содержимое до кипения, и растирают остаток солей пестикообразной стеклянной палочкой. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ через двойной фильтр «синяя лента». Ополаскивают чашку 5—6 раз небольшими порциями горячей воды и сливают через фильтр. Осадок промывают на фильтре 5—6 раз небольшими порциями горячей воды. Раствор в мерной колбе доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Дистиллированная вода применяется свежеперегнанная. Иногда, несмотря на то, что фильтрование проводилось через два плотных фильтра, в растворе снова появляется очень мелкий осадок. В этом случае небольшую порцию раствора пропускают снова через сухой плотный фильтр в сухой стакан для фотометрирования. Если

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

же осадка не наблюдается, то испытуемый раствор прямо из измерительной колбы переливают в стакан вместимостью 25 или 50 $см^3$ для фотометрирования. Затем на пламенном фотометре определяют массовые доли натрия и калия в пробе методом эталонных растворов (описание методов дается в прилагаемой к каждому прибору инструкции).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю оксида натрия и оксида калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \left[C_1 + \frac{(C_2 - C_1)(A_x - A_1)}{A_2 - A_1}\right] \cdot \frac{100 \cdot 100}{m \cdot 1000};$$

где C_1 и C_2 — концентрация оксида натрия или оксида калия в рабочих растворах сравнения, мг/$см^3$ ($C_2 > C_1$);

A_x — значение интенсивности излучения анализируемого раствора;

A_1 и A_2 — значения интенсивности излучения для растворов сравнения;

100 — вместимость мерной колбы с анализируемой пробой, $см^3$;

m — масса пробы, г.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,07 % — при содержании оксидов калия и натрия менее 1 % и 0,1 % — при содержании оксидов калия и натрия более 1 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственной ассоциацией промышленности строительных материалов**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Е.В. Соболев, канд. техн. наук; **В.Е. Голубев**, канд. техн. наук; **Р.П. Борисова**; **Е.А. Диденко**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 15.03.90 № 434**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 20300.8—74**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 4145—74	2	ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 4166—76	2	ГОСТ 20300.1—90	1
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 20448—90	2
ГОСТ 6563—75	2		

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ**

gost.e-ecolog.ru