МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Метод определения оксидов калия и натрия

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным Техническим комитетом по стандартизации МТК 9; Украинским Государственным научно-исследовательским институтом огнеупоров (УкрНИИО)

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 11 от 23 апреля 1997 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 15 декабря 1999 г. № 513-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2642.11—97 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 2642.11—86

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2003 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2000
© ИПК Издательство стандартов, 2003

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Пламенно-спектрометрический метод определения оксидов калия и натрия (при массовой доле от 0,1 до 5 %) 1

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Метод определения оксидов калия и натрия

Refractories and refractory raw materials.
Method for determination of potassium and sodium oxides

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

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-спектрометрический метод определения оксидов калия и натрия при их массовой доле от 0,1 до 5 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 2642.0—86 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4145—74 Калий сернокислый. Технические условия
ГОСТ 4166—76 Натрий сернокислый. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия
ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия
ГОСТ 10484—78 Кислота фтористо-водородная. Технические условия

3 Общие требования

Общие требования к методу анализа и безопасности труда — по ГОСТ 2642.0.

4 Пламенно-спектрометрический метод определения оксидов калия и натрия (при массовой доле от 0,1 до 5 %)

4.1 Сущность метода

Метод основан на возбуждении атомов калия и натрия в пламени пропан-бутан—воздух, ацетилен—воздух или природный газ—воздух и измерении интенсивности 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.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотометр пламенный или атомно-абсорбционный спектрофотометр.
Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.
Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.
Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Издание официальное

Калий сернокислый по ГОСТ 4145.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Цезий хлористый по нормативной документации или другие соли цезия, раствор с массовой долей 1,5 %.

Чашки платиновые по ГОСТ 6563 или из стеклоуглерода.

Стандартный раствор оксида 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. Переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,001 г оксида калия (раствор А).

Стандартный раствор оксида 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 содержит 0,001 г оксида натрия (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор: по 25 см^3 стандартных растворов оксидов калия и натрия (растворы А) помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,0001 г оксидов калия и натрия (раствор Б).

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

4.3 Проведение анализа

Навеску материала 0,2 г (при массовой доле оксидов калия или натрия до 0,5 %) и 0,1 г (при массовой доле этих оксидов 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. Выпаривают до влажных солей, затем снова приливают 5 см^3 раствора фтористоводородной кислоты 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 оксидов калия и натрия 1,5—3,0 % для анализа отбирают аликвотную часть раствора 25 см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3, а свыше 3,0 % — в колбу вместимостью 100 см^3.

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 оксидов калия и натрия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт. Содержание оксидов калия и натрия находят по градуировочному графику.

Допускается проводить определение оксидов калия и натрия по методу ограничивающих растворов.

4.4 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 4.3.

Контрольный опыт проводят в соответствии с 4.3 без добавления градуировочного стандартного раствора оксидов калия и натрия.

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

4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую долю оксидов калия или натрия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m\,V}{m_1\,V_1} \cdot 100, \qquad (1)$$

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

m_1 — масса навески, г;

V — объем исходного раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

4.5.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксидов калия и натрия приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля оксидов калия и натрия	Нормы точности и нормативы контроля точности			
	Δ	$d_к$	d_2	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

УДК 666.76:543.06:006.354 МКС 81.080 И29 ОКСТУ 1509

Ключевые слова: огнеупоры, огнеупорное сырье, оксид калия, оксид натрия, пламенно-спектрометрический метод

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 03.06.2003. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,47.
Тираж 85 экз. С 10769. Зак. 477.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru .ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru