

МАТЕРИАЛЫ НЕМЕТАЛЛУРОДНЫЕ

Метод определения массовых долей
оксидов калия и натрия

Non-metallic ore materials.
Method for determination of potassium oxide
and sodium oxide mass fractions

ГОСТ
26318.7—84

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.86
до 01.01.91

Настоящий стандарт распространяется на полевошпатовые и кварцполевошпатовые материалы, слюду, диопсид и устанавливает пламеннофотометрический метод определения массовых долей оксидов калия и натрия.

Метод основан на измерении интенсивности излучения резонансных линий элементов, образующихся в пламени смеси газ — воздух при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения. Интенсивность излучения линии натрия измеряют при 590 нм, калия — при 770 нм.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения массовых долей оксидов калия и натрия — по ГОСТ 26318.0—84.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

- 2.1. Для проведения анализа применяют:
- анализатор пламенный, работающий на пропан-бутановой смеси или на ацетилене;
 - баню водяную;
 - калий хлористый по ГОСТ 4234—77, дважды перекристаллизованный и высушенный до постоянной массы при 105—110 °С;
 - натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, дважды перекристаллизованный и высушенный до постоянной массы при 105—110 °С;
 - кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:3;

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

кислоту борную по ГОСТ 9656—75, высушенную при 150—170 °С в течение 3 ч при периодическом помешивании;
 аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77;
 литий углекислый, высушенный при 150—170 °С;
 литий тетраборнокислый, высушенный при 150—170 °С;
 борно-литиевую смесь для сплавления, приготовленную тщательным растиранием 9 частей тетраборнокислого лития и 1 части азотнокислого аммония. При отсутствии тетраборнокислого лития применяют смесь приготовленную растиранием 1 части углекислого лития с 2 частями борной кислоты с добавлением 10 г растертого азотнокислого аммония на 100 г смеси. Смесь хранят в полиэтиленовой посуде.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основного стандартного раствора

0,1583 г хлористого калия и 0,1886 г хлористого натрия растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ полученного раствора соответствует 0,1 мг оксида калия и 0,1 мг оксида натрия.

3.2. Приготовление серии стандартных растворов

В мерные колбы вместимостью 250 см³ отмеривают аликвотные части основного стандартного раствора, указанные в табл. 1.

Таблица 1

Аликвотная часть основного стандартного раствора, см ³	Концентрация полученного раствора, мг/см ³	Аликвотная часть основного стандартного раствора, см ³	Концентрация полученного раствора, мг/см ³
125	0,050	20	0,008
100	0,040	15	0,006
75	0,030	10	0,004
50	0,020	5	0,002
40	0,016	2,5	0,001
25	0,010		

К растворам прибавляют по 0,8—1 г борно-литиевой смеси для сплавления при использовании анализируемого раствора 1 по ГОСТ 26318.1—84 или по 3 г борно-литиевой смеси для сплавления при использовании анализируемого раствора 3 по ГОСТ 26318.1—84, приливают по 25 см³ соляной кислоты, разбав-

ленной 1:3, нагревают на водяной бане до растворения, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

В случае приготовления анализируемого раствора 3 без применения борно-литиевой смеси аликвотные части основного стандартного раствора, указанные в табл. 1, помещают в мерные колбы вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. От анализируемого раствора 1 или 3 по ГОСТ 26318.1—84 отливают 15—20 см³ в стаканчик вместимостью 25 см³ и проводят фотометрирование в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору. Затем измеряют интенсивность излучения трех-четырёх стандартных растворов с большей и меньшей концентрацией, но близкой к концентрации анализируемого раствора. Все измерения повторяют не менее двух раз.

По полученным данным строят градуировочный график, выражающий зависимость интенсивности излучения от концентрации определяемого элемента в мг/см³ в анализируемом растворе.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю оксидов калия или натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса определяемого элемента, найденная по градуировочному графику, мг/см³;

V — общий объем анализируемого раствора 1 или 3, см³;

m — масса навески, г.

5.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать величины, приведенной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида, %	Допускаемое расхождение, %	
	Оксид калия	Оксид натрия
0,5	0,10	0,11
1,0	0,14	0,12
2,0	0,19	0,13
5,0	0,29	0,15
10	0,39	—
20	0,56	—

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством промышленности строительных материалов СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Н. М. Золотухина, В. М. Горохова, Е. А. Пыркин, О. Н. Фео-
досьева, Э. И. Лопатина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 31.10.84 № 3811

3. ВЗАМЕН ГОСТ 20543.4—75 и ГОСТ 14328.3—77

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 4233—77	2.1
ГОСТ 4234—77	2.1
ГОСТ 9656—75	2.1
ГОСТ 22867—77	2.1
ГОСТ 26318.0—84	1.1
ГОСТ 26318.1—84	4.1

5. Срок действия продлен до 01.01.96 г. Постановлением Госстандарта СССР от 24.12.90 № 3242

6. Переиздание (май 1991 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1990 г. (ИУС 4—91)