

Изменение № 1 ГОСТ 2642.11—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окисей калия и натрия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 11.04.90 № 857

Дата введения 01.01.91

На обложке и первой странице под обозначением стандарта дополнить обозначением: **СТ СЭВ 6586—89.**

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «и атомно-абсорбционный метод для магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалов и изделий при массовой доле окисей калия и натрия свыше 0,002 %»;

второй абзац дополнить ссылкой: **СТ СЭВ 6586—89.**

Стандарт дополнить разделом — 6:

(Продолжение см. с. 162)

«6. Атомно-абсорбционный метод определения окисей калия и натрия в магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле окисей калия и натрия свыше 0,002 %)

6.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции раствора пробы в пламени воздуха-ацетилен при резонансной длине волны 766,5 нм для окиси калия и 589,0 нм— для окиси натрия.

6.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источниками излучения для калия и натрия.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота хлорная.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75, насыщенный раствор.

Цезий хлористый особо чистый.

(Продолжение см. с. 163)

Ионизационный буфер: 12,67 г хлористого цезия растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают; раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Стандартный раствор окиси калия: 1,5830 г хлористого калия, предварительно высушенного в течение 24 ч при 110 °С, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают; раствор хранят в пластмассовом сосуде.

1 см³ раствора содержит 1,000 мг окиси калия. Разбавленный стандартный раствор окиси калия:

отбирают пипеткой 50 см³ стандартного раствора окиси калия в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 1 см³ соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят в день применения.

1 см³ раствора содержит 0,050 мг окиси калия.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Стандартный раствор окиси натрия: 1,8860 г хлористого натрия, предварительно высушенного в течение 24 ч при 110 °С, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают; раствор хранят в пластмассовом сосуде.

1 см³ раствора содержит 1,000 мг окиси натрия.

Разбавленный стандартный раствор окиси натрия: отбирают пипеткой 50 см³ стандартного раствора окиси натрия в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 1 см³ соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят в день применения.

1 см³ раствора содержит 0,050 мг окиси натрия.

6.3 Подготовка к анализу

6.3.1. Навеску пробы массой 1,0 г сырья или 0,5 г обожженного материала помещают в платиновую чашку или в стакан из тефлона, смачивают водой и накрывают часовым стеклом. Затем приливают по частям 20 см³ раствора соляной кислоты и нагревают до растворения пробы. Горячий раствор фильтруют через плотный фильтр. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Фильтр с нерастворимым остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, осторожно озоляют и быстро сжигают над горелкой. После охлаждения остаток в тигле смачивают двумя каплями воды, добавляют 8 см³ раствора фтористоводородной кислоты, 1 см³ хлорной кислоты и выпаривают на песчаной бане до выделения белых паров. Процесс выпаривания в случае необходимости повторяют. После охлаждения в чашку приливают 5 см³ раствора соляной кислоты, 5 см³ насыщенного раствора борной кислоты и нагревают до растворения оставшихся солей.

Затем переносят содержимое в мерную колбу с фильтратом, добавляют 10 см³ ионизационного буферного раствора, доводят до метки водой, перемешивают и переливают в сухой пластмассовый стакан.

Приготовленный раствор должен быть прозрачным. В случае появления муты аликвотную часть раствора фильтруют через сухой плотный фильтр в сухой стакан. Первые две части фильтрата отбрасывают; следующую порцию используют для анализа.

6.3.2. Для определения массовой концентрации окисей калия и натрия предварительно измеряют абсорбцию и, в случае необходимости, исходный раствор разбавляют водой, добавляют ионизационный буферный раствор, чтобы его концентрация осталась на уровне исходного раствора.

6.3.3. Параллельно выполняют подготовку контрольного опыта на все применяемые реактивы.

6.4. Проведение анализа

Раствор пробы, приготовленный по п. 6.3.1 или 6.3.2, распыляют в обданный воздушнo-ацетиленовое пламя. Для определения окиси калия используют резонансную длину волны 766,5 нм, а для определения окиси натрия — 589,0 нм. Записывают значения сигнала трех измерений. На основе средних результатов

(Продолжение см. с. 164)

измерений находят массовую концентрацию окиси калия (натрия) по градуировочному графику.

Одновременно с анализом проб градуируют прибор по стандартным растворам или растворам стандартных образцов. Параллельно измеряют раствор контрольного опыта.

Для градуировки прибора непосредственно (в единицах концентрации) или для построения градуировочного графика готовят серию стандартных растворов в диапазоне концентрации от 0,20 до 4,00 мг/см³ окиси калия (натрия).

Для этого в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют из бюретки 0,2; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см³ разбавленного стандартного раствора окиси калия (натрия).

Во все колбы добавляют по 5 см³ насыщенного раствора борной кислоты, 5 см³ раствора соляной кислоты и 10 см³ ионизационного буферного раствора. Затем доводят до метки водой, тщательно перемешивают и переливают в сухие пластмассовые сосуды.

Стандартный раствор «нулевой» концентрации окиси калия (натрия), содержащий только примеси, используют для получения «нуля», относительно которого измеряют стандартные растворы. Измерение значений аналитических сигналов стандартных растворов проводят непосредственно перед измерением анализируемых проб и повторяют после окончания измерений в тех же условиях. На основе полученных средних результатов измерений и соответствующих им массовым концентрациям окисей калия (натрия) строят градуировочный график.

В процессе измерения неоднократно проверяют правильность результатов измерения по растворам стандартных образцов.

Наибольшая концентрация стандартного раствора имеет только информационное значение, так как приборы, имеющие корректор кривизны, позволяют измерять более высокие концентрации.

Параллельно с измерением атомной абсорбции растворов проб измеряют атомную абсорбцию растворов контрольного опыта.

7. Обработка результатов

7.1. Массовую долю окиси калия (X_2) и окиси натрия (X_3) в процентах вычисляют по формулам:

$$X_2 = \frac{C \cdot V \cdot z \cdot 10^{-1}}{m};$$

$$X_3 = \frac{C \cdot V \cdot z \cdot 10^{-1}}{m},$$

где C — массовая концентрация окиси калия (натрия), найденная по градуировочному графику или отсчитанная по прибору с цифровым отсчетом показаний с учетом контрольного опыта, мг/см³;

V — общий объем исходного раствора, см³;

z — фактор разбавления;

m — масса навески пробы, г.

7.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси калия или окиси натрия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,002 до 0,005 включ.	0,0006
Св. 0,005 » 0,010 »	0,001
» 0,01 » 0,02 »	0,002
» 0,02 » 0,05 »	0,005
» 0,05 » 0,10 »	0,01

(Продолжение см. с. 165)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2642.11—86)

Продолжение табл. 3

Массовая доля окиси калия или окиси натрия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
> 0,10 > 0,20 >	0,02
> 0,20 > 0,50 >	0,03
> 0,50 > 1,0 >	0,05
> 1,0 > 2,0 >	0,10
> 2,0 > 5,0 >	0,15
> 5,0	0,20

(ИУС № 7 1990 г.)