

Изменение № 2 ГОСТ 2642.11—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окисей калия и натрия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 07.02.92 № 119

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения окисей калия и натрия

Refractories and refractory raw materials, Methods for the determination of sodium and potassium oxides».

(Продолжение см. с. 136)

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначения: (СТ СЭВ 978—78, СТ СЭВ 2892—81, СТ СЭВ 6586—89).

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия алюмосиликатные, кремнеземистые, глиноземистые, глиноземоизвестковые, высокомагнезиальные и магнезиально-известковые и устанавливает пламенно-спектрометрический и пламенно-фотометрические методы определения окисей калия и натрия»; второй абзац исключить.

(Продолжение см. с. 137)

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2. Пламенно-спектрометрический метод определения окисей калия и натрия (при массовой доле окисей калия и натрия от 0,1 до 5 %)

2.1. Сущность метода

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

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотометр пламенный или атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота фтористо-водородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Натрий серно-кислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Калий серно-кислый по ГОСТ 4145—74.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Цезий хлористый по ТУ 6—09—4066—75 или другие соли цезия, раствор в массовой долей 1,5 %.

Чашки платиновые по ГОСТ 6563—75 или из стеклоуглерода.

Стандартный раствор окиси калия: 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 переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают, 1 см³ раствора соответствует 0,001 г окиси калия (раствор А).

Стандартный раствор окиси натрия: 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 переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают, 1 см³ раствора соответствует 0,001 г окиси натрия (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор: по 25 см³ стандартных растворов окисей калия и натрия (растворы А) помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки и перемешивают, 1 см³ раствора соответствует 0,0001 г окисей калия и натрия (раствор Б).

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

2.3. Проведение анализа

Навеску материала 0,2 г (при массовой доле окисей калия или натрия до 0,5 %) и 0,1 г (при массовой доле окисей свыше 0,5 %) помещают в платиновую чашку, смачивают водой, прибавляют 3 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, 10—15 см³ фтористоводородной кислоты и ведут растворение при слабом нагреве до разложения силикатов. Затем усиливают нагревание и выпаривают раствор до прекращения выделения паров серного ангидрида.

К сухому остатку прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают, приливают 25—30 см³ горячей воды и снова нагревают до растворения основной массы солей. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 4 см³ 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 окисей калия или натрия 1,5—3,0 % для анализа берут аликвотную часть раствора 25 см³ в мерную колбу вместимостью 50 см³, а при более 3 % — в колбу вместимостью 100 см³.

(Продолжение см. с. 138)

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 окисей калия и натрия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт. Массовые доли окисей калия и натрия находят по градуировочному графику.

2.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают аликвотные части градуировочного стандартного раствора Б: 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 см³, прибавляют по 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, по 4 см³ раствора соли цезия, доводят до метки водой, перемешивают и измеряют интенсивность полученных растворов, как указано в п. 2.3.

Контрольный опыт получают в соответствии с п. 2.3 без добавления градуировочного стандартного раствора окисей калия и натрия.

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

2.5. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса окиси калия или окиси натрия, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, г;

K — коэффициент разбавления.

2.5.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли окисей калия и натрия приведены в таблице.

Массовая доля окисей калия и натрия. %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %			
	Δ	d_k	e_s	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

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окисей калия и натрия приведены в таблице».

Разделы 5—7 исключить.

(ИУС № 5 1992 г.)