

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ

**Методы определения содержания
оксида калия и оксида натрия**

Iron ores, concentrates and agglomerates.
Methods of determination of potassium oxide
and sodium oxide content

**ГОСТ
23581.10-79**

**Взамен
ГОСТ 12759-67**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 апреля 1979 г. № 1500 срок действия установлен

**с 01.01.81
до 01.01.86**

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты и агломераты и устанавливает пламенно-фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения оксида калия и оксида натрия при массовой доле их от 0,010 до 2,0 %.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Периодика. Сентябрь 1983 г.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по СТ СЭВ 1224—78.

2. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на возбуждении атомов калия и натрия в пламени ацетилен — воздух или пропан — бутан — воздух и измерении интенсивности возникающего характерного излучения определяемых элементов — калия при длине волны 766,5 нм и натрия при длине волны 589,0 нм.

Влияние кальция устраняется путем использования монохроматоров, взаимное влияние щелочных элементов (натрия, лития и др.) — введением в раствор соли цезия.

При возникновении разногласий в оценке качества руды, концентрата или агломерата по показателю «содержание окиси калия и натрия» определение проводят пламенно-фотометрическим методом.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

фотометр фотоэлектрический пламенный с монохроматором; ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457—75;

пропан-бутан;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1:1;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:1;

кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10484—78;

цезий азотнокислый, раствор 15 г/дм³;

стандартные растворы калия:

раствор А: 1,583 г хлористого калия, предварительно прокаленного при 500 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 200 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 1 мг окиси калия;

раствор Б: 25 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,1 мг окиси калия;

стандартные растворы натрия:

раствор А: 1,886 г хлористого натрия, предварительно прокаленного при 500 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 200 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ доводят до метки во-

дой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 1 мг окиси натрия;

раствор Б: 25 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,1 мг окиси натрия.

Растворы калия и натрия хранят в полиэтиленовой посуде.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Масса навески руды, концентрата или агломерата в зависимости от содержания окисей калия или натрия указана в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси натрия (калия), %	Масса навески, г
От 0,01 до 0,1	1
Св. 0,1 » 0,5	0,4
» 0,5 » 1	0,2
» 1 » 2	0,1

Навеску помещают в платиновую чашку, прибавляют 5—10 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения большей части окислов железа. Затем прибавляют 5—10 см³ фтористоводородной кислоты (в зависимости от содержания двуокиси кремния), 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и продолжают растворение при слабом нагревании до разложения силикатов. Затем усиливают нагревание и выпаривают раствор до прекращения выделения паров серного ангидрида.

2.2.2. К сухому остатку прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают раствор до растворения солей. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ прибавляют 4 см³ раствора азотнокислого цезия (при содержании окиси натрия более 1 %), доводят до метки водой и перемешивают. Если растворы мутные, их фильтруют через сухой фильтр средней плотности, отбрасывая первые порции фильтрата.

2.2.3. Полученные растворы вводят в пламя ацетилен — воздух или пропан — бутан — воздух пламенного фотометра и измеряют интенсивность возникающего излучения калия при длине волны 766,5 нм, 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 натрия или калия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденным значениям интенсивности излучения последующего раствора за вычетом интенсивности излучения раствора кон-

трольного опыта, полученного параллельно с анализом, находят содержание окиси калия или окиси натрия по градуировочному графику или по методу ограничивающих растворов.

2.2.4. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 1; 2,5; 5; 10; 20 см³ стандартных растворов Б калия и натрия, что соответствует 0,1; 0,25; 0,5; 1,0; 2,0 мг окиси калия или окиси натрия, прибавляют по 5 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, по 4 см³ раствора азотнокислого цезия (если он вводится в анализируемые растворы), разбавляют до метки водой, перемешивают и измеряют интенсивность полученных растворов, как указано в п. 2.2.3.

2.2.5. Контрольный опыт получают в соответствии с п. 2.2.4 без добавления стандартных растворов калия и натрия.

По найденным значениям интенсивности излучения растворов для градуировочного графика за вычетом значения интенсивности излучения раствора контрольного опыта и соответствующим им содержаниям окиси калия или окиси натрия строят градуировочный график.

2.2.6. При нахождении содержания окиси калия и окиси натрия по методу ограничивающих растворов интенсивность излучения испытуемого раствора сравнивают с интенсивностью излучения двух стандартных растворов, полученных согласно п. 2.2.4. Интенсивность излучения одного раствора на 10 % выше и второго на 10 % ниже интенсивности излучения анализируемого раствора.

2.3. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса окиси калия (натрия) в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику или по формуле, указанной ниже, мг/см³;

V — объем фотометрируемого раствора, см³;

K — коэффициент пересчета содержания окиси калия (натрия) на содержание ее в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_r},$$

где W_r — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %;

m — масса навески в объеме фотометрируемого раствора, г.

Величину m_1 для метода ограничивающих растворов вычисляют по формуле

$$m_1 = m_2 + \frac{(m_3 - m_2)(b - b_1)}{b_2 - b_1},$$

где m_2 — масса окиси калия (натрия) в стандартном растворе, концентрация которого меньше по сравнению с раствором анализируемой пробы, мг/см³;

m_3 — масса окиси калия (натрия) в стандартном растворе, концентрация которого больше по сравнению с раствором анализируемой пробы, мг/см³;

b — показание регистрирующего прибора для раствора анализируемой пробы за вычетом показания прибора для раствора контрольного опыта;

b_1 — показание регистрирующего прибора для стандартного раствора с концентрацией m_2 за вычетом показания прибора для раствора контрольного опыта;

b_2 — показание регистрирующего прибора для стандартного раствора с концентрацией m_3 за вычетом показания прибора для раствора контрольного опыта.

2.3.2. Допускаемые расхождения — по п. 3.3.2.

3. МЕТОД АТОМНОЙ АБСОРБЦИИ

Метод основан на измерении поглощения излучения спектральных высокочастотных ламп атомами калия и натрия по резонансной линии калия 766,5 нм и натрия — 589,0 нм. Для атомизации анализируемых руды, концентрата или агломерата используется пламя ацетилен — воздух.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр атомно-абсорбционный;

ацетилен растворенный по ГОСТ 5457—75;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:1;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:1;

кислоту фтористоводородную (плавиковую) по ГОСТ 10484—78;

стандартные растворы калия:

раствор А: 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 переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 1 мг окиси калия;

раствор Б: 10 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,01 мг окиси калия; стандартные растворы натрия:

раствор А: 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 переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 1 мг окиси натрия;

раствор Б: 10 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,01 мг окиси натрия.

Растворы калия и натрия хранят в полиэтиленовой посуде.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску руды, концентрата или агломерата массой 0,5 г разлагают в соответствии с п. 2.2.1.

3.2.2. К сухому остатку прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и кипятят до растворения солей. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

3.2.3. От полученного раствора отбирают аликвотную часть, содержащую не более 0,2 мг окиси калия и не более 0,1 мг окиси натрия, помещают ее в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор распыляют в пламени ацетилен — воздух атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию калия при длине волны 766,5 нм и натрия при длине волны 589,0 нм.

При смене растворов систему промывают водой и проверяют нуль прибора.

Для внесения в результат анализа поправки на содержание окисей калия и натрия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденным значениям абсорбции исследуемого раствора за вычетом абсорбции раствора контрольного опыта, полученного параллельно с пробами, находят содержание окиси калия и окиси натрия по градуировочному графику или по методу ограничивающих растворов.

3.2.4. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 1, 5, 10, 15, 20 см³ стандартного раствора калия Б, что соответствует 0,01; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 мг окиси калия и 2, 5, 7, 10, 15 см³ стандартного раствора натрия Б, что соответствует 0,02; 0,05; 0,07; 0,10; 0,15 мг окиси натрия, прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной

1:1, разбавляют до метки водой, перемешивают и измеряют абсорбцию растворов, как указано в п. 3.2.3.

3.2.5. Контрольный опыт для градуировочного графика получают в соответствии с п. 3.2.4 без добавления стандартных растворов калия и натрия.

По найденным значениям абсорбции растворов для градуировочного графика за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта и соответствующим им содержаниям окиси калия и окиси натрия строят градуировочный график.

3.2.6. При нахождении содержания окиси калия и окиси натрия по методу ограничивающих растворов абсорбцию испытуемого раствора сравнивают с абсорбцией двух стандартных растворов, полученных согласно п. 3.2.4. Абсорбция одного раствора на 10 % выше и второго на 10 % ниже абсорбции анализируемого раствора.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю окиси калия (натрия) (X) в процентах вычисляют, как указано в п. 2.3.1.

3.3.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси калия (натрия), %	Допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,02	0,01
Св. 0,02 » 0,05	0,015
» 0,05 » 0,1	0,03
» 0,1 » 0,2	0,04
» 0,2 » 0,5	0,06
» 0,5 » 1	0,1
» 1 » 2,5	0,15

**Изменение № 1 ГОСТ 23581.10—79 Руды железные, концентраты и агломераты.
Методы определения окиси калия и окиси натрия**

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.07.85
№ 2137 срок введения установлен**

с 01.01.86

Под наименование стандарта проставить код: ОКСТУ 0709.

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения содержания окиси калия и окиси натрия

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets. Methods of determination of kalium oxide and natrium oxide content».

(Продолжение см. с. 58)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23581.10—79)

Вводная часть. Заменить слова: «и агломераты» на «агломераты и окатыши».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 1224—78 на ГОСТ 23581.0—80.

Пункт 2.2.1. Второй абзац. Заменить слова: «5—10 см³ соляной кислоты» на «10—20 см³ соляной кислоты».

Пункты 2.2.2, 3.2.2 до слов «раствор охлаждают» изложить в новой редакции: «К сухому остатку прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают, затем прибавляют 20—30 см³ воды и вновь нагревают до растворения основной массы солей».

Пункт 3.3.2. Таблица 2. Графа «Массовая доля окиси калия (натрия), %». Заменить значение: 2,5 на 2;

исключить слово: «параллельных».

(ИУС № 10 1985 г.)