

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ,  
АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ  
ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ

Метод определения окиси калия и окиси натрия

Titanomagnetite ores, ironvanadium  
concentrates, agglomerates and pellets.  
Method for determination of potassium  
oxide and sodium oxide

ГОСТ 18262.14—<sup>28</sup>

ОКСТУ 0720

Срок действия с 01.01.90  
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на титаномагнетитовые руды, железованадиевые концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает пламенно-фотометрический метод определения окиси калия и окиси натрия при массовой доле от 0,1 до 2 %.

Метод основан на измерении интенсивности излучения (эмиссионный вариант) или атомного поглощения (атомно-абсорбционный вариант) калия при длине волны 766,5 нм и натрия при длине волн 589,0 нм.

Для атомизации пробы используется пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 18262.0

## 2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Пламенный спектрофотометр с монохроматором или атомно-абсорбционный.

Чашки платиновые по ГОСТ 6563 или стеклоуглеродные.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457.

Пропан-бутан.

Калий хлористый по ГОСТ 4234 или о. с. ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233 или о. с. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484

Цезий азотнокислый, раствор массовой концентрации 15 г/дм<sup>3</sup>.

Стандартные растворы калия, приготовленные следующим образом

Раствор А. 1,583 г хлористого калия, предварительно прокаленного при 500°C до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> и растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора соответствует 0,001 г окиси калия.

Раствор Б. 25 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора соответствует 0,0001 г окиси калия.

Раствор В. 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора соответствует 0,00001 г окиси калия.

Стандартные растворы натрия, приготовленные следующим образом

Раствор А. 1,886 г хлористого натрия, предварительно прокаленного при 500°C до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> и растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора соответствует 0,001 г окиси натрия.

Раствор Б. 25 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора соответствует 0,0001 г окиси натрия.

Раствор В. 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора соответствует 0,00001 г окиси натрия.

Растворы калия и натрия хранят в полиэтиленовой посуде

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1 Навеску массой 0,5 г помещают в платиновую или стеклоуглеродную чашку, прибавляют 10—20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают до растворения большей части навески. Затем прибавляют 5—10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты (в зависимости от содержания двуокиси кремния), 10 см<sup>3</sup> 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.

3.2 Сухой остаток смачивают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают раствор до растворения солей, затем при-

ливают 20—30 см<sup>3</sup> воды и вновь нагревают. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Если растворы мутные, их фильтруют через сухой фильтр средней плотности, отбрасывая первые порции фильтрата (основной раствор).

3.3. При измерении в режиме эмиссии аликвоту основного раствора (в соответствии с табл. 1) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 4 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого цезия (при содержании окиси натрия более 1%), добавляют соляную кислоту, разбавленную 1:1, чтобы общий объем ее в растворе был 5 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

3.4. При измерении в режиме абсорбции аликвоту основного раствора 20 см<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. От полученного раствора отбирают аликвоту (в соответствии с табл. 1), помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица I

Массовая доля окиси натрия (окиси натрия, %)	Аликвота, см <sup>3</sup>		
	Измерение в режиме эмиссии	Измерение в режиме абсорбции	
		Натрий	Кали
От 0,1 до 0,4	—	25	50
Св 0,4 » 0,8	50	10	20
0,3 » 2,0	20	5	10

3.5. Полученные растворы вводят в пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух пламенного или атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют интенсивность излучения или атомного поглощения калия при длине волны 766,5 нм, натрия — при длине волны 589,0 нм.

Процесс измерения для каждого раствора проводят не менее двух раз и берут среднее значение интенсивности излучения или атомного поглощения.

При смене растворов систему распыления промывают водой.

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

По найденным значениям интенсивности излучения или поглощения исследуемого раствора за вычетом значения интенсивности излучения или поглощения раствора контрольного опыта находят содержание окиси калия или окиси натрия по градуировочному графику или по методу ограничивающих растворов.