

МАТЕРИАЛЫ НЕМЕТАЛЛОРУДНЫЕ

Приготовление основных анализируемых
растворов и растворов холостых
(контрольных) опытов

Non-metallic ore materials.
Preparation of standard solutions
and solutions for blank tests

ГОСТ**26318.1—84**

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.86
до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на полевошпатовые и кварцполевошпатовые материалы, слюду, диоксид и устанавливает способы приготовления основных анализируемых растворов и растворов холостых (контрольных) опытов.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к приготовлению основных анализируемых растворов и растворов холостых (контрольных) опытов — по ГОСТ 26318.0—84.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

2.1. Для приготовления растворов применяют:
печь муфельную, обеспечивающую температуру нагрева до 950 °С;
мешалку магнитную;
чашки или тигли платиновые с крышками по ГОСТ 6563-75;
кислоту соляную по ГОСТ 3118-77, разбавленную 1:3;
кислоту серную по ГОСТ 4204-77;
кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484-78;
кислоту борную по ГОСТ 9656-75, высушенную при 150—
—170 °С в течение 3 ч при периодическом перемешивании;
аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867-77;
натрий углекислый безводный по ГОСТ 83-79, высушенный
при 150—170 °С;

Издание официальное

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

натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199—76, обезвоженный при 360—380 °С;

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;

борно-содовую смесь для сплавления, приготовленную тщательным растиранием 2 частей безводного углекислого натрия и одной части тетраборнокислого натрия с добавлением 10 г растертого азотнокислого аммония на 100 г смеси. Смесь хранят в полиэтиленовой посуде.

3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

3.1. Приготовление анализируемого раствора 1

Навеску пробы анализируемого материала (0,15 г при содержании двуоксида кремния до 50 % и 0,1 г — свыше 50 %) помещают в платиновую чашку или тигель, прибавляют 1,5 г борно-литиевой смеси для сплавления, тщательно перемешивают и сплавляют в муфельной печи при 900—950 °С 15—20 мин. Чашку (тигель) с плавом помещают в стакан, приливают 150 см³ горячей воды, 50 см³ разбавленной 1:3 соляной кислоты и растворяют на магнитной мешалке. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

Полученный анализируемый раствор 1 используют для определения оксидов кремния, калия, натрия, железа, титана и алюминия.

3.2. Приготовление раствора холостого (контрольного) опыта 1

3.2.1. Одновременно готовят раствор холостого (контрольного) опыта 1. В платиновую чашку или тигель помещают 1,5 г борно-литиевой смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при 900—950 °С 15 мин. Чашку (тигель) с плавом помещают в стакан, приливают 150 см³ горячей воды, 50 см³ разбавленной 1:3 соляной кислоты и растворяют на магнитной мешалке. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

3.3. Приготовление анализируемого раствора 2

3.3.1. Навеску пробы анализируемого материала 1 г (0,5 г при содержании окислов кальция и магния свыше 5 %) помещают в платиновую чашку или тигель, прибавляют 3 г борно-содовой смеси для сплавления, тщательно перемешивают, закрывают крышкой и сплавляют в муфельной печи при 850–900 °С 10–15 мин. Чашку (тигель) с плавом помещают в стакан, приливают 40 см³ разбавленной 1:3 соляной кислоты и воды до покрытия чашки (тигля) раствором и растворяют на магнитной мешалке. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ (или 200 см³), доводят до метки водой и перемешивают.

Полученный анализируемый раствор 2 используют для определения кальция, магния, алюминия, железа комплексонометрическими методами и микроколичеств железа, титана, фосфора, кальция, магния и серы фотометрическими методами.

При необходимости определения в полевошпатовых и кварц-полевошпатовых материалах только калия, натрия и железа допускается приготовление анализируемого раствора 2 сплавлением навески пробы 0,4 г с 3 г борно-литиевой смеси и последующим растворением сплава в 25 см³ разбавленной 1:3 соляной кислоты.

3.4. Приготовление раствора холостого (контрольного) опыта 2

Одновременно готовят раствор холостого (контрольного) опыта 2. В платиновую чашку или тигель помещают 3 г борно-содовой смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при 850–900 °С 10–15 мин. Чашку (тигель) с плавом помещают в стакан, приливают 40 см³ разбавленной 1:3 соляной кислоты и воды до покрытия чашки (тигля) раствором и растворяют на магнитной мешалке. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ (200 см³), доводят до метки водой и перемешивают.

3.5. Приготовление анализируемого раствора 3

Навеску пробы анализируемого материала 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают несколькими каплями воды, приливают 1 см³ серной кислоты и 10 см³ фтористоводородной кислоты. Содержимое выпаривают на плитке, покрытой асбестом до прекращения выделения паров серного ангидрида. После охлаждения остаток в чашке смачивают еще несколькими каплями серной кислоты и продолжают выпаривание до прекращения выделения паров серного ангидрида. Затем в чашку добавляют 3 г борно-литиевой смеси для сплавления и сплавляют остаток в муфельной печи при 900–950 °С 15–20 мин. Чашку с плавом

помещают в стакан, приливают 25 см³ разбавленной 1:3 соляной кислоты и горячей воды до покрытия чашки раствором и растворяют на магнитной мешалке. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

Полученный анализируемый раствор 3 используют для определения калия, натрия, кальция и магния.

При полном разложении анализируемого материала кислотной обработкой остаток в чашке без дополнительного сплавления с борно-литневой смесью растворяют в горячей воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

3.6. Приготовление раствора холостого (контрольного) опыта 3

Одновременно готовят раствор холостого (контрольного) опыта 3. В платиновую чашку помещают несколько капель воды, 1 см³ серной кислоты и 10 см³ фтористоводородной кислоты. Содержимое выпаривают на плитке, покрытой асбестом, до прекращения выделения паров серного ангидрида. После охлаждения чашки приливают еще несколько капель серной кислоты и продолжают выпаривание до прекращения выделения паров серного ангидрида. Затем в чашку добавляют 3 г борно-литневой смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при 900—950 °С 15—20 мин. Чашку с расплавом помещают в стакан, приливают 25 см³ разбавленной 1:3 соляной кислоты и горячей воды до покрытия чашки раствором и растворяют на магнитной мешалке. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

3.5, 3.6. (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. Феодосьева, Э. И. Лопатина

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

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 4199—76	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 6563—75	2.1
ГОСТ 9656—75	2.1
ГОСТ 10484—78	2.1
ГОСТ 22867—77	2.1
ГОСТ 26318.0—84	1.1

5. Срок действия продлен до 01.01.96 Постановлением Госстандарта СССР от 24.12.90 № 3242
6. Переиздание (май 1991 г.) с изменением № 1, утвержденным в октябре 1990 г. (ИУС 4—91)