



25567-82
Изм. 1, 2

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КАОЛИН ОБОГАЩЕННЫЙ

МЕТОД СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 25567—82

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

КАОЛИН ОБОГАЩЕННЫЙ

Метод спектрального анализа

Concentrated kaolin.
Spectrum analysis methodГОСТ
25567-82*

ОКСТУ 5709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 декабря 1982 г. № 5302 срок действия установлен

с 01.01.84

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на обогащенный каолин и устанавливает спектральный метод определения содержания окиси железа, двуокиси титана, окиси кальция, окиси магния, закиси марганца и окиси меди.

Метод основан на сжигании пробы каолина в смеси с буферным порошком в канале угольного электрода, фотографировании спектра излучения на фотопластинку и количественном определении содержания окислов элементов по интенсивности их спектральных линий.

Спектральный анализ проводится с применением в качестве элемента сравнения германия или меди в случаях, когда не требуется ее определение.

Метод обеспечивает определение массовых долей окислов элементов-примесей в следующем диапазоне содержаний, в процентах:

Fe_2O_3	— от 0,1	до 1,5;
TiO_2	— » 0,1	» 1,5;
CaO	— » 0,1	» 1,5;
MgO	— » 0,02	» 0,5;
MnO	— » 0,001	» 0,03;
CuO	— » 0,0003	» 0,01.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (декабрь 1986 г.) с Изменением № 1,
утвержденным в июле 1985 г. (ИУС 10—85).

№2(ИУС 12-88)

© Издательство стандартов, 1987

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Для проведения спектрального анализа среднюю пробу каолина перемешивают, сокращают до массы не менее 100 г, сушат в течение 1 ч при 105—110°C и измельчают в агатовой или халцедоновой ступке до размера частиц, проходящих через сито с сеткой № 0063 по ГОСТ 6613—73, сушат около 2 ч при 105—110°C до постоянной массы и хранят в эксикаторе.

1.2. Определение проводят параллельно не менее чем на двух навесках каолина.

1.3. При проведении анализа применяют реактивы и материалы «спектрально чистые».

1.4. Градуировочные графики проверяют по стандартным образцам «Шамот К2», или «Муллитовый огнеупор К-3», или «Каолин КК», или «Пегматит СО-1Б-74».

1.5. Стандартный образец подготавливают к анализу и проводят через все его стадии аналогично пробам каолина.

1.6. Периодичность проверки правильности построения градуировочных графиков — на каждую партию анализируемых проб.

1.7. При отклонении воспроизведенных значений содержания примесей в стандартном образце от аттестованных значений, обозначенных в свидетельстве на него, анализ необходимо повторить.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:
спектрограф кварцевый средней дисперсии, типа ИСП-30 со стандартной трехлинзовой системой освещения щели или аналогичный;

источник питания дуги постоянного тока 250 В, 25 А, типа УГЭ-4 или аналогичный;

спектропроектор типа СПП-2 или аналогичный;

микрофотометр типа ИФО-460 или аналогичный;

секундомер типа СДСпр-1А-2 или аналогичный;

шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева 110°C, типа 2В-151 или аналогичный;

весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г, типа ВЛР-200 или аналогичные;

ступки агатовые или халцедоновые, или яшмовые с внутренним диаметром 60—100 мм;

кюветы для фоторабот размером 150×300 мм;

фотопластинки для промышленных и научных целей спектрографические типа I;

электроды угольные спектральные марки С-2 или С-3, диаметром 6 мм, длиной 60 мм;
 порошок графитовый марки ОСЧ 7—4;
 кальку бумажную натуральную по ГОСТ 892—70;
 спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72;
 воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;
 германий (IV) окись для спектрального анализа;
 стронций углекислый для спектрального анализа;
 стандартный образец шамот К-2, или муллитовый огнеупор К-3, или пегматит СО-1Б-74, или каолин КК;
 метол (пара-метиламинофено сульфат) по ГОСТ 5.1177—71;
 гидрохинон по ГОСТ 19627—74;
 натрий сернистокислый по ГОСТ 195—77, ч. д. а.;
 натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79, ч. д. а.;
 калий бромистый по ГОСТ 4160—74, ч. д. а.;
 натрий серноватистокислый, ч. д. а.;
 аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, ч. д. а.;

образцы сравнения каолина в количестве не менее пяти; готовят из каолинов разного состава (см. обязательное приложение).

2.2. Допускается применять импортные материалы и аппаратуру, имеющие точность не ниже указанной в п. 2.1.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка угольных электродов

3.1.1. Электроды для анализа готовят из угольных стержней. Форма и размеры электродов указаны на чертеже.

3.2. Подготовка растворов

3.2.1. Приготовление проявителя

Проявитель готовят из равных объемов растворов I и II, имеющих следующий состав:

раствор I:

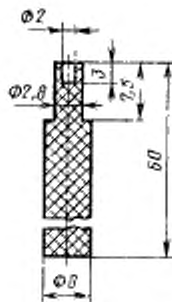
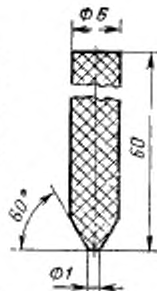
метол — 2 г,

гидрохинон — 10 г,

натрий серноватистокислый безводный — 52 г,

вода дистиллированная — 1 дм³.

Навески растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если нужно, фильтруют;



раствор II:

натрий углекислый безводный — 16 г,

калий бромистый — 2 г,

вода дистиллированная — 1 дм³.

Навески растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если нужно, фильтруют.

3.2.2. Приготовление фиксажа

Раствор фиксажа имеет следующий состав:

натрий серноватистокислый — 250 г;

аммоний хлористый — 50 г;

вода дистиллированная — 1 дм³.

Навески растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если нужно, фильтруют.

Взвешивание фотореактивов производят с погрешностью не более 0,1 г.

3.3. Приготовление буферной смеси с окисью (IV) германия

Буферная смесь состоит из 77,68% угольного порошка, 22,22% углекислого стронция и 0,1% окиси (IV) германия. Для более равномерного перемешивания окиси (IV) германия с угольным порошком и углекислым стронцием смесь готовят в три приема в соответствии с табл. 1—3.

Таблица 1

Приготовление смеси 1

Наименование реактива	Массовая доля, %	Масса, г
Окись (IV) германия	1	0,1000
Угольный порошок	99	9,9000

Таблица 2

Приготовление смеси 2

Наименование реактива	Массовая доля, %	Масса, г
Смесь 1	30	3,0000
Угольный порошок	70	7,0000

Таблица 3

Приготовление смеси 3

Наименование реактива	Массовая доля, %	Масса, г
Смесь 2	33,33	7,5000
Угольный порошок	44,44	10,0000
Углекислый стронций	22,22	5,0000

Каждая смесь перемешивается в агатовой ступке в течение 2 ч с этиловым спиртом. Для проверки чистоты буферной смеси фотографируют ее спектр в условиях анализа (см. разд. 4). На спектрограмме должны отсутствовать аналитические линии определяемых элементов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Приготовление буферной смеси с окисью (II) меди

Буферная смесь состоит из 69% угольного порошка, 30% углекислого стронция и 1% окиси меди. Для более равномерного перемешивания окиси меди с угольным порошком и углекислым стронцием буферную смесь готовят в два приема в соответствии с табл. 3а и 3б.

Таблица 3а

Приготовление смеси 4

Наименование реактива	Массовая доля, %	Масса, г
Окись (II) меди	10	1,0000
Угольный порошок	90	9,0000

Таблица 3б

Приготовление смеси 5

Наименование реактива	Массовая доля, %	Масса, г
Смесь 4	10	1,0000
Углекислый стронций	30	3,0000
Угольный порошок	60	6,0000

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску каолина из пробы, подготовленной по п. 1.1, и образцы сравнения смешивают с буфером в соотношении 1:19 (0,0300 г каолина и 0,5700 г буферной смеси 3 или буферной смеси 5). Перемешивание производят в агатовой ступке с добавлением 5—10 см³ этилового спирта в течение 15 мин, затем подсушивают смесь под инфракрасной лампой или в сушильном шкафу при 105—110°C в течение 10 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Смесь каолина с буфером, а также каждого образца сравнения с буфером наполняют по три электрода — десятикратным погружением их в смесь поступательно-вращательным движением.

4.3. Электрод со смесью каолина с буфером укрепляют в нижнем зажиме штатива, а конусообразный электрод — в верхнем зажиме так, чтобы между электродами было расстояние 2 мм и конус верхнего электрода располагался строго над углублением нижнего электрода. Электрод с каолином является анодом.

4.4. Включают ток, верхний и нижний электроды сводят друг с другом и через 1 с электроды разводят на расстояние 2 мм. Во время съемки сохраняют постоянное расстояние между электродами.

4.5. На среднем конденсоре устанавливают прямоугольную диафрагму высотой 2 мм. Ширина щели спектрографа 0,015—0,020 мм. Ширина щели спектрографа и промежуточная диафрагма могут быть несколько изменены в соответствии с используемыми приборами. Сила тока дуги — 12 А. Время экспозиции — 60 с.

4.6. Каждую смесь каолина с буфером и образцы сравнения сжигают в разбивку по три раза на одной пластинке.

4.7. Фотопластинку обрабатывают в строго постоянных условиях:

температура проявителя — 20—22°C;

время проявления — согласно указанному на упаковке фотопластинок;

время закрепления — 10 мин.

Промывают фотопластинку в проточной воде в течение 15 мин, ополаскивают дистиллированной водой и сушат.

После обработки фотопластинки фотометрируют линии, указанные в табл. 4. Аналитические линии находят по атласу спектральных линий с помощью спектропроектора.

Таблица 4

Определяемый компонент	Длина волны аналитической линии, нм		Массовая доля окиси определяемого элемента, в количестве, %
	определяемого элемента	элемента сравнения	
Fe ₂ O ₃	Fe 287,793	Ge 270,906	От 0,1 до 1,5
Fe ₂ O ₃	Fe 296,690	Ge 303,906	» 0,1 » 1,5
TiO ₂	Ti 308,802	Ge 303,906	» 0,1 » 1,0
TiO ₂	Ti 295,613	Ge 303,906	» 0,3 » 1,5
CaO	Ca 315,887	Ge 303,906	» 0,1 » 1,5
MgO	Mg 277,983	Ge 270,906	» 0,02 » 0,5
MnO	Mn 280,106	Ge 270,906	» 0,001 » 0,03
CuO	Cu 324,754	Ge 303,906	» 0,0003 » 0,01
Fe ₂ O ₃	Fe 287,793	Cu 282,437	» 0,1 » 1,5
Fe ₂ O ₃	Fe 296,690	Cu 282,437	» 0,1 » 1,5
TiO ₂	Ti 308,802	Cu 282,437	» 0,1 » 1,5
TiO ₂	Ti 295,613	Cu 282,437	» 0,3 » 1,5
CaO	Ca 317,933	Cu 282,437	» 0,1 » 1,5
MgO	Mg 277,983	Cu 282,437	» 0,02 » 0,5
MnO	Mn 280,106	Cu 282,437	» 0,001 » 0,03

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Разность почернений (ΔS) линии определяемого элемента и линии сравнения вычисляют по формуле

$$\Delta S = S_{\text{опр}} - S_{\text{ге}},$$

где $S_{\text{опр}}$ — почернение линии определяемого элемента;

$S_{\text{ге}}$ — почернение линии сравнения (германия).

5.2. Среднюю разность почернений ($\Delta S_{\text{ср}}$) трех спектров вычисляют по формуле

$$\Delta S_{\text{ср}} = \frac{\Delta S_1 + \Delta S_2 + \Delta S_3}{3},$$

где ΔS_1 , ΔS_2 , ΔS_3 — разности почернений соответственно трех спектров.

5.3. Градуировочные графики строят для всех стандартных образцов. Экстраполяция за пределы стандартных образцов не допускается. Градуировочные графики строят в координатах $\Delta S_{\text{ср}} - \lg C$,

где C — массовая доля определяемого окисла элемента в стандартных образцах в процентах.

5.4. Массовую долю окислов элементов в каолине в процентах определяют по градуировочным графикам.

5.5. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ указаны в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля окиси определяемого элемента в каолине, %	Допускаемое расхождение, %
От 1,0 до 1,5	0,1
» 0,5 » 1,0	0,07
» 0,1 » 0,5	0,05
» 0,01 » 0,1	0,007
» 0,001 » 0,01	0,001
» 0,0003 » 0,001	0,0002

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенную величину, определение повторяют на новых навесках.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Обязательное

**ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦОВ СРАВНЕНИЯ ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО
АНАЛИЗА КАОЛИНА**

Для приготовления образцов сравнения каолина подбирают пробы с различным содержанием примесей.

Для каждого определяемого элемента число образцов сравнения должно быть не менее пяти и они должны охватывать весь диапазон определяемых содержаний, а именно: массовая доля определяемого оксида в одном образце сравнения не должна отличаться от массовой доли примеси во втором, последующем по содержанию образце сравнения, более чем в два раза.

Пробы для приготовления образцов сравнения отбирают массой около 1 кг, просеивают через сито с сеткой № 0063 по ГОСТ 6613—73. Остаток на сите измельчают в агатовой ступке до полного прохождения через сито. Далее пробу тщательно перемешивают в течение 3—4 ч. Из подготовленной пробы квартованием отбирают частные пробы массой по 80—100 г каждая. Эти пробы подвергают химическому и спектральному анализу в двух-трех разных лабораториях.

Новые образцы сравнения готовятся по мере необходимости. Срок годности образцов сравнения — 5 лет.

Редактор *Т. П. Шашина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *С. И. Ковалева*

Сдано в наб. 14.10.86 Подп. в печ. 20.02.87 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,52 уч.-изд. л.
Тираж 4000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопреображенский пер., д. 3.
Видьянская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 5131.

Изменение № 2 ГОСТ 25567—82 Каолин обогащенный. Метод спектрального анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.08.88 № 2840

Дата введения 01.01.89

Пункт 1.1, приложение. Заменить ссылку: ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86.

(Продолжение см. с. 86)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25567—82)

Пункт 2.1. Восьмой абзац изложить в новой редакции: «весы лабораторные 2-го класса точности с погрешностью измерения не более 0,0005 по ГОСТ 24104—80»;

заменить ссылку: ГОСТ 5.1177—71 на ГОСТ 25664—83.

Пункт 4.2.1. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87,

(ИУС № 12 1988 г.)
