МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 25542.3— 2023

ГЛИНОЗЕМ

Методы определения оксида натрия, оксида калия, оксида цинка, оксида кальция и щелочности

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Русский Алюминий Менеджмент», Ассоциацией «Объединение производителей, поставщиков и потребителей алюминия»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 099 «Алюминий»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 августа 2023 г. №164—П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 октября 2023 г. № 1254-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 25542.3—2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2024 г. с правом досрочного применения.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 25542.3—93, ГОСТ 25390—93, ГОСТ 13583.5—93, ГОСТ 13583.9—93

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Определение оксида натрия и оксида калия 2
5 Полярографический метод определения оксида цинка 5
6 Атомно-абсорбционный метод определения оксида цинка 7
7 Определение оксида кальция 8
8 Определение щелочности 12
9 Метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой определения содержания суммы оксида натрия и оксида калия в пересчете на оксид натрия, оксида кальция и оксида цинка 13

Поправка к ГОСТ 25542.3—2023 Глинозем. Методы определения оксида натрия, оксида калия, оксида цинка, оксида кальция и щелочности

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(ИУС № 7 2024 г.)

МКС 73.060.040
71.100.10

Поправка к ГОСТ 25542.3—2023 Глинозем. Методы определения оксида натрия, оксида калия, оксида цинка, оксида кальция и щелочности

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 9.6.2	Сумму массовых долей оксида натрия и оксида калия в пересчете на оксид натрия, X в процентах вычисляют по формуле $X = Na_2O + 0,66K_2O,$ (10) где Na_2O — массовая доля оксида натрия, рассчитанная А.6.1; K_2O — массовая доля оксида калия, рассчитанная А.6.1; 0,66 — коэффициент пересчета массовой доли оксида калия на массовую долю оксида натрия.	Сумму массовых долей оксида натрия и оксида калия в пересчете на оксид натрия, X в процентах вычисляют по формуле $X = Na_2O + 0,66K_2O,$ (10) где Na_2O — массовая доля оксида натрия, рассчитанная по 9.6.1; K_2O — массовая доля оксида калия, рассчитанная по 9.6.1; 0,66 — коэффициент пересчета массовой доли оксида калия на массовую долю оксида натрия.

(ИУС № 11 2024 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ГЛИНОЗЕМ

Методы определения оксида натрия, оксида калия, оксида цинка, оксида кальция и щелочности

Alumina. Methods for the determination of sodium oxide, potassium oxide, zinc oxide, calcium oxide and alkalinity

Дата введения — 2024—02—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает:

- эмиссионный пламенно-фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения в глиноземе оксида натрия при массовой доле от 0,05 % до 1,00 % и оксида калия при массовой доле от 0,01 % до 0,60 %. Методы основаны на кислотном разложении пробы или спекании пробы с борной кислотой и измерении интенсивности излучения или атомной абсорбции натрия при длине волны 589,0 нм и калия при длине волны 766,5 нм;
- атомно-абсорбционный метод определения оксида кальция при массовой доле от 0,003 % до 0,100 %;
- пламенно-фотометрический метод определения щелочности (суммы оксидов натрия и калия в пересчете на оксид натрия) глинозема при массовой доле от 0,03 % до 0,80 %. Метод основан на определении оксидов натрия и калия в растворе, полученном после кипячения глинозема в воде;
- полярографический метод определения оксида цинка — при массовой доле оксида цинка от 0,001 % до 0,040 %;
- атомно-абсорбционный метод определения оксида цинка — при массовой доле оксида цинка от 0,002 % до 0,040 %;
- метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой определения содержания суммы оксида натрия и оксида калия в пересчете на оксид натрия, оксида кальция и оксида цинка при массовой доле суммы оксида натрия и оксида калия в пересчете на оксид натрия от 0,01 % до 1,00 %, при массовой доле оксида кальция от 0,003 % до 0,100 % и при массовой доле оксида цинка от 0,0001 % до 0,0400 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 195 Реактивы. Натрий сернистокислый. Технические условия

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4038 Реактивы. Никель (II) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4234 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4530 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия
ГОСТ 4658 Ртуть. Технические условия
ГОСТ 5457 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия
ГОСТ 8677 Реактивы. Кальция оксид. Технические условия
ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. Технические условия
ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 10262 Реактивы. Цинка окись. Технические условия
ГОСТ 11069 Алюминий первичный. Марки
ГОСТ 13867 Продукты химические. Обозначение чистоты
ГОСТ 19908 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия
ГОСТ 23201.3—2023 Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления растворов
ГОСТ 24104[1)] Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 25542.0 Глинозем. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 27067 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия
ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемых в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальным органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25542.0.

4 Определение оксида натрия и оксида калия

4.1 Аппаратура и реактивы

Спектрометр атомно-абсорбционный в эмиссионном или абсорбционном режиме работы или эмиссионный пламенный фотометр (с пламенем ацетилен-воздух, пропан-воздух или пропан-бутан-воздух).

Тигли из платины по ГОСТ 6563.

Стаканы по ГОСТ 19908.

Фильтр «синяя лента» по нормативно-технической документации изготовителя.

Ацетилен технический по ГОСТ 5457.

Бутан-пропан газообразный.

Вода дистиллированная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

[1)] Утратил силу в Российской Федерации. В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Смесь соляной и серной кислот в соотношении 10:1.
Кислота борная по ГОСТ 9656.
Натрий хлористый по ГОСТ 4233.
Калий хлористый по ГОСТ 4234.

4.2 Подготовка к анализу

Раствор-фон: 15 г борной кислоты расплавляют в платиновом тигле при температуре 900 °С. После охлаждения тигель помещают в стакан, содержащий 250 см^3 воды, плав выщелачивают. Затем тигель вынимают и обмывают водой в стакан. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Стандартные растворы натрия:

Раствор А: 1,8860 г предварительно высушенного при температуре 500 °С в течение 30 мин и охлажденного в эксикаторе хлористого натрия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде не более 30 дней.

1 см^3 раствора А содержит 0,001 г оксида натрия.

Раствор Б: 50,0 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде не более 30 дней.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0002 г оксида натрия.

Стандартные растворы оксида калия:

Раствор В: 1,5830 г предварительно высушенного при температуре 500 °С в течение 30 мин и охлажденного в эксикаторе хлористого калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде не более 30 дней.

1 см^3 раствора В содержит 0,001 г оксида калия.

Раствор Г: 50,0 см^3 раствора В переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде не более 30 дней.

1 см^3 раствора Г содержит 0,0002 г оксида калия.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Подготовка проб для анализа осуществляется одним из перечисленных способов:

- аликвотную часть объемом 25 см^3 раствора пробы, приготовленного по методу разложения пробы кислотами под давлением по ГОСТ 23201.3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают;
- 0,5 г пробы перемешивают с 1,5 г борной кислоты в платиновом тигле, тигель помещают в муфельную печь и медленно нагревают до температуры от 600 °С до 700 °С. После прекращения потрескивания и вспучивания содержимого тигля его прокаливают 30 мин при температуре 1000 °С. После охлаждения тигель помещают в стакан, заливают горячей водой, через 20 мин добавляют 25 см^3 раствора соляной кислоты и выщелачивают плав при нагревании до полного его растворения. Затем тигель вынимают из стакана и обмывают горячей водой в стакан. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор пропускают через фильтр «синяя лента» в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

Одновременно с анализом пробы в тех же условиях проводят контрольный опыт.

Измеряют эмиссию или атомную абсорбцию калия, а затем натрия в растворе пробы параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта при длине волны 589,0 нм для натрия и 766,5 нм для калия. Измерения повторяют в обратном порядке и результаты усредняют.

Из значения атомной абсорбции или эмиссии раствора пробы вычитают значение атомной абсорбции или эмиссии раствора контрольного опыта. Массу оксидов натрия и калия в растворе пробы находят по градуировочному графику. В зависимости от массовой доли оксида калия строят два градуировочных графика.

4.3.2 Для построения градуировочного графика оксида натрия при массовой доле оксида калия менее 0,1 % в восемь мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая помещают при кислотном разложении по 4 см^3 смеси кислот или при спекании пробы с борной кислотой по 50 см^3 раствора-фона, затем в семь из них отбирают 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 и 25,0 см^3 стандартного раствора натрия Б, что со-

ответствует 0,0002; 0,0005; 0,0010; 0,0020; 0,0030; 0,0040 и 0,0050 г оксида натрия. Все колбы доливают до метки водой и перемешивают. Растворы хранят в кварцевой или полиэтиленовой посуде не более 30 дней. Измеряют эмиссию или атомную абсорбцию натрия в растворах при длине волны 589,0 нм.

При массовой доле оксида калия свыше 0,1 % для построения градуировочного графика оксида натрия готовят аналогичный ряд растворов с добавкой стандартного раствора калия соответственно массовой доле оксида калия и измеряют вновь эмиссию или атомную абсорбцию натрия в растворах. Для определения оксида натрия в растворе пробы необходимо построить новый градуировочный график.

Для построения градуировочного графика оксида калия в восемь мерных колб вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают при кислотном разложении по 4 $см^3$ смеси кислот или при спекании пробы с борной кислотой по 50 $см^3$ раствора-фона, затем в семь из них отбирают 0,2; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0 и 15,0 $см^3$ стандартного раствора калия Г, что соответствует 0,00004; 0,0001; 0,00020; 0,00050; 0,00100; 0,00200 и 0,00300 г оксида калия. Все колбы доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в кварцевой или полиэтиленовой посуде не более 30 дней. Измеряют эмиссию или атомную абсорбцию калия в растворах при длине волны 766,5 нм.

Из значений эмиссий или атомных абсорбций растворов вычитают значение эмиссии или атомной абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор натрия или калия, и по полученным значениям и соответствующим им массам оксида натрия или оксида калия строят градуировочный график.

4.3.3 Учитывая различия в чувствительности эмиссионных пламенных фотометров, допускается изменять концентрации растворов посредством разбавления раствором-фоном для построения градуировочных графиков для того, чтобы фотометрирование осуществлялось в области концентраций оксидов натрия и калия, обеспечивающих более высокую чувствительность и точность определения на применяемой аппаратуре.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю оксида натрия или оксида калия X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot K}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

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

m — масса навески глинозема, г;

K — коэффициент, учитывающий разбавление (в соответствии с 4.3.3):

$$K = \frac{V_p}{V_п}, \quad (2)$$

V_p — объем раствора после разбавления;

$V_п$ — объем раствора до разбавления.

4.4.2 Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида натрия или оксида калия	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	Предел повторяемости, r	Предел воспроизводимости, R
От 0,01 до 0,05 включ.	0,01	0,02
Св. 0,05 » 0,15 »	0,02	0,03
» 0,15 » 0,40 »	0,04	0,06
» 0,40 » 0,60 »	0,06	0,09
» 0,60 » 1,00 »	0,10	0,15

5 Полярографический метод определения оксида цинка

5.1 Сущность метода

Метод основан на щелочном разложении пробы, экстракции полученного роданидного комплекса цинка из сернокислого раствора диэтиловым эфиром и полярографировании цинка в хлоридно-аммиачном растворе в интервале потенциалов от минус 0,9 В до минус 1,4 В по отношению к ртутному аноду.

5.2 Аппаратура и реактивы

Полярограф переменного тока (ППТ-1).

Посуда из стекла или пластмассы, не содержащих цинка, для проведения анализа, а также хранения реактивов и растворов.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 1:1 и 0,5 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 60 %.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий сернисто-кислый по ГОСТ 195.

Этиловый эфир.

Цинк металлический по ГОСТ 3640.

Цинка оксид по ГОСТ 10262.

5.3 Подготовка к анализу

Раствор-фон: 50,0 г хлористого аммония и 25,0 г сернисто-кислого натрия растворяют в 200 см^3 воды. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 200 см^3 аммиака, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в плотно закрытом сосуде не более 5 дней.

Стандартные растворы оксида цинка:

Раствор А: 0,0803 г цинка или 0,1000 г предварительно прокаленного при температуре 1000 °С в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе оксида цинка растворяют в стакане вместимостью 100 см^3 в 5 см^3 раствора соляной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г оксида цинка.

Раствор Б: 25,0 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед использованием.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г оксида цинка.

5.4 Проведение анализа

5.4.1 Аликвотную часть серно-кислого раствора пробы, приготовленного разложением пробы сплавлением по ГОСТ 23201.3 объемом 25,0 см^3 помещают в делительную воронку вместимостью 250 см^3, добавляют 20 см^3 0,5 моль/дм^3 раствора серной кислоты, 15 см^3 воды, 5 см^3 раствора роданистого аммония, 15 см^3 этилового эфира и встряхивают 1 мин. После расслоения фаз водную фазу сливают в другую делительную воронку, добавляют 15 см^3 этилового эфира и экстракцию повторяют. После расслоения фаз водную фазу сливают и отбрасывают. Эфирный слой переносят в первую делительную воронку.

5.4.2 Объединенный экстракт два-три раза промывают раствором серной кислоты 0,5 моль/дм^3, добавляя ее по 5 см^3. Затем эфирный слой сливают в стакан вместимостью 50 см^3 и выпаривают на водяной бане досуха. К охлажденному остатку по каплям добавляют 1 см^3 азотной кислоты. После прекращения бурной реакции добавляют 1 см^3 раствора серной кислоты 1:1 и выпаривают раствор досуха на песчаной бане. Если во время выпаривания раствор приобретает темно-коричневый цвет, то осторожно, по каплям, добавляют азотную кислоту до обесцвечивания раствора. Стакан с сухим остатком охлаждают, стенки стакана ополаскивают небольшим количеством воды и раствор снова выпаривают досуха. Охлажденный остаток растворяют в 5,0 см^3 раствора-фона, переносят в полярографическую ячейку и полярографируют раствор в интервале потенциалов от минус 0,9 до минус 1,4 В по отношению к ртутному аноду (E ½ Zn = –1,05 В).

5.4.3 При применении полярографа ППТ-1 устанавливают следующий режим работы: начальное напряжение 0,9 В, форма переменного напряжения трапецеидальная, скорость развертки 2 мВ/с, амплитуда переменного напряжения 4—8 мВ, диапазон тока 10х100 (или соответственно концентрации), задержка 3 с (устанавливают в зависимости от времени каплепадения для данного капилляра), тест-режим регистрации тока, электроды: рабочий — ртутно-капающий, вспомогательный — донная ртуть, электролизер объемом 5 $см^3$.

5.4.4 Аликвотную часть серно-кислого раствора контрольного опыта подвергают аналогичным процедурам раствора проб, указанных в 5.4.1—5.4.3.

Массовую долю оксида цинка в пробе определяют по градуировочному графику, вычитая результат контрольного опыта.

5.4.5 Построение градуировочного графика

В девять делительных воронок вместимостью 250 $см^3$ каждая приливают из микробюретки 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 $см^3$ стандартного раствора Б и 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 $см^3$ стандартного раствора А, что соответствует 0; 0,001; 0,002; 0,004; 0,006; 0,01; 0,02; 0,03 и 0,04 % оксида цинка.

Затем во все воронки добавляют по 38 $см^3$ раствора серной кислоты 0,5 моль/$дм^3$, 22 $см^3$ воды, 5 $см^3$ раствора роданистого аммония, 15 $см^3$ этилового эфира и далее поступают согласно 7.4.1—7.4.4.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартный раствор цинка.

По полученным значениям высот пиков и известным массовым долям оксида цинка строят градуировочный график.

5.4.6 Определение массовой доли оксида цинка можно выполнять методом добавок. Анализ пробы проводят согласно 5.4.1—5.4.4. Затем аликвотную часть серно-кислого раствора контрольного опыта, приготовленного методом разложения пробы сплавлением по ГОСТ 23201.3, объемом 25,0 $см^3$ помещают в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ 0,5 моль/$дм^3$ раствора серной кислоты, 15 $см^3$ воды и 2,5 $см^3$ стандартного раствора Б (что соответствует 0,005 % оксида цинка при навеске пробы 0,5 г). Затем добавляют 5 $см^3$ раствора роданистого аммония, 15 $см^3$ этилового эфира и далее поступают согласно 5.4.1—5.4.5.

Одновременно проводят анализ раствора контрольного опыта без добавления стандартного раствора цинка.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 Массовую долю оксида цинка X в процентах при проведении анализа по 5.4.1—5.4.5 определяют по градуировочному графику.

5.5.2 Массовую долю оксида цинка X в процентах при проведении анализа по 7.4.6 вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot h_1}{h}, \qquad (3)$$

где c — массовая доля оксида цинка в растворе контрольного опыта с добавкой стандартного раствора цинка в процентном отношении на 0,5 г навески (0,005 %);

h — высота пика, полученная при полярографировании раствора контрольного опыта с добавкой стандартного раствора цинка за вычетом высоты пика контрольного опыта, мм;

h_1 — высота пика, полученная при полярографировании раствора пробы, за вычетом высоты пика контрольного опыта, мм.

5.5.3 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида цинка, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	Предел повторяемости, r	Предел воспроизводимости, R
От 0,001 до 0,002 включ.	0,0010	0,002
Св. 0,002 » 0,005 »	0,0015	0,002

Окончание таблицы 2

Массовая доля оксида цинка, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	Предел повторяемости, *r*	Предел воспроизводимости, *R*
Св. 0,005 до 0,010 включ.	0,0020	0,003
» 0,010 » 0,040 »	0,0030	0,005

6 Атомно-абсорбционный метод определения оксида цинка

6.1 Сущность метода

Метод основан на кислотном или щелочном разложении пробы и измерении атомной абсорбции цинка в пламени ацетилен-воздух при длине волны 213,9 нм.

6.2 Аппаратура и реактивы

Спектрометр атомно-абсорбционный и источник излучения для цинка.

Посуда из стекла или пластмассы, не содержащих цинка, для проведения анализа, а также хранения реактивов и растворов.

Ацетилен технический по ГОСТ 5457.

Вода, дважды дистиллированная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 8 моль/дм^3.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069, стружка. Стружку очищают ацетоном, высушивают в сушильном шкафу при температуре 100 °С 3—4 мин и охлаждают в эксикаторе.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор с массовой долей 0,2 %.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Цинк металлический по ГОСТ 3640.

Цинка оксид по ГОСТ 10262.

6.3 Подготовка к анализу

Раствор алюминия 26,5 г/дм^3: 26,50 г алюминия помещают в стакан вместимостью 1000 см^3 и небольшими порциями добавляют 600 см^3 раствора соляной кислоты, затем 1 см^3 раствора хлористого никеля или каплю ртути. После прекращения бурной реакции раствор нагревают до полного растворения стружки, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор А: 0,0803 г цинка или 0,1000 г предварительно прокаленного при температуре 1000 °С в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе оксида цинка растворяют в стакане вместимостью 100 см^3 в 5 см^3 раствора соляной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г оксида цинка.

Раствор Б: 20,0 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00002 г оксида цинка.

6.4 Проведение анализа

6.4.1 Аликвотную часть раствора пробы, приготовленного методом разложения пробы кислотами под давлением или разложением пробы сплавлением по ГОСТ 23201.3 (в случае разложения пробы сплавлением используют азотнокислый раствор), объемом 25 см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор контрольного опыта готовят по ГОСТ 23201.3, добавляя 20 см^3 раствора алюминия в мерную колбу вместимостью 250 см^3 при кислотном разложении пробы или 100 см^3 раствора алюминия при щелочном разложении пробы сплавлением. Аликвотную часть раствора контрольного опыта объемом 25 см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3.

Измеряют атомную абсорбцию цинка в растворе пробы параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта в пламени ацетилен-воздух при длине волны 213,9 нм.

Вычисляют разность атомных абсорбций растворов пробы и контрольного опыта. Массу оксида цинка находят по градуировочному графику.

6.4.2 Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 50 см^3 каждая отбирают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 7,5 и 10,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00010; 0,000150; 0,00020 г оксида цинка. Во все колбы добавляют по 10 см^3 раствора алюминия. При щелочном сплавлении во все колбы добавляют также по 1,2 г углекислого натрия, 0,4 г борной кислоты и 5 см^3 раствора азотной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию цинка в пламени ацетилен-воздух при длине волны 213,9 нм непосредственно до и после измерения атомной абсорбции цинка в растворе пробы.

Вычисляют разности атомных абсорбций растворов и раствора, не содержащего стандартный раствор цинка. По полученным значениям и соответствующим им массам оксида цинка строят градуировочный график.

6.5 Обработка результатов

6.5.1 Массовую долю оксида цинка X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100, \qquad (4)$$

где m_1 — масса оксида цинка, найденная по градуировочному графику, г;

V_1 — объем основного раствора, см^3;

m — масса навески глинозема, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см^3.

6.5.2 Допускаемые расхождения наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Массовая доля оксида цинка, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	Предел повторяемости, r	Предел воспроизводимости, R
От 0,002 до 0,005 включ.	0,0020	0,003
Св. 0,005 » 0,010 »	0,0025	0,004
» 0,010 » 0,040 »	0,0030	0,005

7 Определение оксида кальция

7.1 Сущность метода

Метод основан на кислотном или щелочном разложении глинозема и измерении атомной абсорбции кальция при длине волны 422,7 нм в пламени ацетилен — закись азота.

Примечание — Для облегчения эмиссии кальция к раствору прибавляют ионы, а для повышения чувствительности прибавляют ионы лантана или триэтаноламина.

7.2 Аппаратура и реактивы

Спектрометр атомно-абсорбционный с аспираторной горелкой на ацетилене и двуокиси азота или на ацетиленово-воздушной смеси.

Обычное лабораторное оборудование из стекла, не содержащего кальция, или из полиэтилена и бюретка, градуированная по 0,05 $см^3$.

Кальциевая лампа с полым катодом.

При проведении анализа используют только аналитические реактивы и только воду, дистиллированную дважды в аппарате из боросиликатного стекла с притертыми соединениями, или воду эквивалентной чистоты.

Ацетилен технический по ГОСТ 5457.

Закись азота.

Кислота соляная (ρ = 1,19 г/$см^3$) по ГОСТ 3118 и раствор 1:1 или 38 %-ный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 2 г/$дм^3$. Лантан хлористый кристаллический.

Триэтаноламин, ч., ρ = 1,130 г/$см^3$.

Окись алюминия чистая, 99,95 % и выше, с содержанием оксида кальция менее 0,0005 %.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069.

7.3 Подготовка к анализу

Раствор алюминия (кислотный): взвешивают 11 г алюминия чистотой не менее 99,99 % в виде стружки, протравливают в небольшом количестве 68 %-ного раствора азотной кислоты (ρ = 1,40 г/$см^3$). Протравленную стружку промывают водой и высушивают ацетоном. Навеску стружки массой 10,588 г помещают в химический стакан достаточной емкости (например, 500 $см^3$) и добавляют 144 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1). С целью усиления действия кислоты добавляют одну каплю сверхчистой ртути. После прекращения реакции помещают стакан на песчаную баню и нагревают на слабом огне до полного растворения алюминия. Раствор остужают, переливают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,0212 г алюминия.

Допускается готовить раствор алюминия следующим образом: 26,5 г алюминиевой стружки помещают в стакан вместимостью 1000 $см^3$ и добавляют небольшими порциями 600 $см^3$ раствора соляной кислоты, затем каплю ртути или 1 $см^3$ раствора хлористого никеля. После завершения бурной реакции раствор нагревают до полного растворения стружки, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,0265 г алюминия.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 8 г/$дм^3$ в пересчете на оксид натрия, готовят следующим образом: взвешивают 3,770 г хлористого натрия, предварительно высушенного при температуре 110 °С в течение 2 ч и охлажденного в эксикаторе. Растворяют в 200 $см^3$ воды и переливают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$. Доливают водой до метки и перемешивают. 1 $см^3$ полученного раствора содержит 8 мг оксида натрия. Раствор хранят в полиэтиленовой емкости.

Допускается раствор натрия готовить следующим образом: 1,8851 г хлористого натрия, предварительно высушенного при температуре 110 °С и охлажденного в эксикаторе, растворяют в 200 $см^3$ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора соответствует 4,0 мг оксида натрия.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Кальция оксид по ГОСТ 8677.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Стандартные растворы кальция:

Раствор А: 1,0000 г оксида кальция, предварительно прокаленного в платиновом тигле при температуре 1000 °С и охлажденного в эксикаторе, или 1,7847 г углекислого кальция, предварительно прокаленного при температуре 250 °С в течение 2 ч и охлажденного в эксикаторе, растворяют в стакане вместимостью 600 $см^3$ в 10 $см^3$ соляной кислоты и 15 $см^3$ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,001 г оксида кальция.

Раствор Б: 100 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г оксида кальция.

Раствор В: 100 см^3 раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,00002 г оксида кальция.

Раствор Г: 50 см^3 раствора В переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Г содержит 0,00001 г оксида кальция.

7.4 Проведение анализа

7.4.1 Определение массовой доли оксида кальция при помощи градуировочного графика

7.4.1.1 Для анализа используют раствор, приготовленный по ГОСТ 23201.3 (в случае использования раствора пробы, приготовленного методом разложения пробы сплавлением, применяют азотнокислый раствор).

При кислотном разложении к раствору, полученному после разложения 2 г (1 г) пробы и помещенному в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (50 см^3), добавляют (5—2,5x) см^3 раствора натрия, где x — массовая доля оксида натрия в пробе в процентах, определенная в соответствии с 4.4.1. Затем к раствору добавляют 4,56 (2,28 г при вместимости колбы 50 см^3) хлористого лантана или 10 см^3 (5 см^3) триэтаноламина, доливают до метки водой и перемешивают. Массовая доля оксида натрия по отношению к массе пробы должна составлять 2 %.

При разложении пробы сплавлением к раствору, полученному после разложения 5 г и помещенному в мерную колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 0,7 г хлористого лантана, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор контрольного опыта готовят по ГОСТ 23201.3, добавляя в мерную колбу 20 см^3 раствора алюминия при кислотном разложении пробы и 100 см^3 раствора алюминия при разложении пробы сплавлением. Раствор хлористого лантана добавляют в количествах, указанных выше, — 4,56 (2,28 г при вместимости колбы 50 см^3) или 0,7 г соответственно.

Перед измерением атомной абсорбции проводят регулировку спектрофотометра с кальциевой лампой.

Чтобы стабилизировать спектрофотометр, его включают заранее. Устанавливают длину волны 422,7 нм и доводят чувствительность и размер щели до нужного уровня. Устанавливают необходимое давление ацетилена и двуокиси азота в горелке.

Всасывают в пламя поочередно все растворы и каждый раз измеряют показатель спектрального поглощения.

Скорость всасывания должна быть постоянной в течение всех измерений.

После каждого измерения через горелку всасывают воду.

Измеряют атомную абсорбцию кальция в растворе пробы параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта в пламени ацетилен — закись азота при длине волны 422,7 нм.

Из атомной абсорбции раствора пробы вычитают атомную абсорбцию раствора контрольного опыта. Массу оксида кальция находят по градуировочному графику.

7.4.1.2 Для построения градуировочного графика в зависимости от метода разложения поступают следующим образом:

При кислотном разложении пробы в семь мерных колб вместимостью 50 см^3 каждая отбирают по 20 см^3 раствора алюминия, 5 см^3 раствора натрия, 2,28 г хлористого лантана или 5 см^3 триэтаноламина, добавляют 0; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см^3 стандартного раствора кальция В, что соответствует 0; 0,00002; 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003 и 0,0004 г оксида кальция. Колбы доливают до метки водой и перемешивают.

При щелочном разложении пробы в семь мерных колб вместимостью 250 см^3 каждая помещают по 100 см^3 раствора алюминия, 12 г углекислого натрия, 4 г борной кислоты, 50 см^3 раствора азотной кислоты и 0,7 г хлористого лантана. Затем добавляют 0; 5,0; 12,5; 25,0 см^3 стандартного раствора кальция В и 10,0; 15,0; 20,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0; 0,0001; 0,00025; 0,0005; 0,001; 0,0015 и 0,002 г оксида кальция. Колбы доливают до метки водой и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию кальция в растворах для построения градуировочного графика непосредственно до и после измерения атомной абсорбции кальция в растворе пробы в пламени ацетилен — закись азота. Из атомной абсорбции растворов для построения градуировочного графика вычитают атомную абсорбцию раствора, не содержащего стандартный раствор кальция, и по полученным значениям и соответствующим им массам оксида кальция строят градуировочный график.

7.4.2 Определение массовой доли оксида кальция методом добавок

Для анализа используют раствор пробы, приготовленный по ГОСТ 23201.3 (в случае использования раствора, приготовленного методом разложения пробы сплавлением, применяют азотно-кислый раствор).

В три мерные колбы вместимостью 25 см^3 каждая отбирают аликвотные части раствора пробы: при массовой доле оксида кальция от 0,010 % до 0,035 % — по 5 см^3; при массовой доле оксида кальция от 0,005 до 0,01 % — по 10 см^3, при массовой доле оксида кальция от 0,003 % до 0,005 % — по 20 см^3. В первую колбу не добавляют стандартный раствор кальция, во вторую — добавляют 1,0 см^3 стандартного раствора кальция Г, в третью — 2,0 см^3 стандартного раствора кальция Г. Колбы доливают до метки водой и перемешивают. Таким образом во вторую колбу добавлено 0,00001 г оксида кальция, в третью — 0,0002 г оксида кальция.

Раствор контрольного опыта, приготовленный, как указано в 7.4.1.2, разбавляют аналогично раствору пробы, без добавления стандартного раствора кальция.

Измеряют атомную абсорбцию кальция трех растворов пробы параллельно с раствором контрольного опыта в пламени ацетилен—закись азота при длине 422,7 нм. Из значений атомной абсорбции растворов пробы вычитают значение атомной абсорбции раствора контрольного опыта.

Строят график зависимости атомной абсорбции трех растворов пробы от массы добавленного оксида кальция. Полученную прямую продолжают до пересечения с осью абсцисс. Отрезок, отсеченный на этой оси, равен массе оксида кальция в растворе пробы.

7.5 Обработка результатов

7.5.1 Массовую долю оксида кальция X, в процентах, при определении с помощью градуировочного графика вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (5)$$

где m_1 — масса оксида кальция в растворе пробы, найденная по градуировочному графику (см. 7.4.1.2), г;

m — масса навески, г.

7.5.2 Массовую долю оксида кальция X в процентах при определении методом добавок вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100, \quad (6)$$

где m_1 — масса оксида кальция в растворе пробы, найденная по графику (7.4.2), г;

V_1 — объем основного раствора, см^3;

m — масса навески глинозема, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см^3.

7.5.3 Допускаемые расхождения наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4

Массовая доля оксида кальция	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	Предел повторяемости, r	Предел воспроизводимости, R
От 0,003 до 0,005 включ.	0,0015	0,002

Окончание таблицы 4

Массовая доля оксида кальция	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	Предел повторяемости, *r*	Предел воспроизводимости, *R*
Св. 0,005 до 0,010 включ.	0,0025	0,004
» 0,010 » 0,035 »	0,004	0,006

8 Определение щелочности

8.1 Аппаратура и реактивы

Фотометр эмиссионный пламенный.
Мерные колбы не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770.
Фильтр «синяя лента» по нормативно-технической документации изготовителя.
Ацетилен технический по ГОСТ 5457.
Цезия хлорид, раствор с массовой долей 1 %.
Натрий хлористый по ГОСТ 4233.
Калий хлористый по ГОСТ 4234.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:10.
Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

8.2 Подготовка к анализу

Стандартный раствор натрия и калия: 0,9430 г хлористого натрия и 0,0791 г хлористого калия, предварительно высушенных при 110 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и растворяют в воде. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. 1 $см^3$ стандартного раствора содержит 0,0005 г оксида натрия и 0,00005 г оксида калия. Раствор хранят в кварцевой или полиэтиленовой посуде.

Раствор-фон: 0,2856 г углекислого кальция, предварительно высушенного при температуре 110 °С, растворяют при нагревании в 10 $см^3$ раствора соляной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора-фона содержит 0,00016 г оксида кальция.

8.3 Проведение анализа

8.3.1 Навеску глинозема массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$ и приливают 150 $см^3$ горячей воды. Содержимое кипятят 20 мин, раствор охлаждают и переносят вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ раствора хлорида цезия, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» в сухой стакан или колбу (первые порции фильтрата отбрасывают) и отбирают часть раствора для измерения эмиссии натрия и калия.

Для приготовления раствора контрольного опыта в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ отбирают 10 $см^3$ раствора-фона, 10 $см^3$ раствора хлорида цезия, доливают до метки водой и перемешивают.

На пламенном фотометре измеряют эмиссию калия, а затем натрия в растворе пробы параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта, применяя светофильтры с максимумом пропускания излучения при длинах волн 589—590 нм для натрия и 766 — 770 нм для калия. Вычисляют разность эмиссий растворов пробы и контрольного опыта.

Массовые доли оксида натрия и оксида калия в растворе пробы находят по градуировочному графику.

8.3.2 Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 250 $см^3$ каждая отбирают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0 и 16,0 $см^3$ стандартного раствора натрия и калия, что соответствует 0; 0,025; 0,050; 0,10; 0,20; 0,40 и 0,80 % оксида натрия и 0; 0,0025; 0,005; 0,010; 0,020; 0,040 и 0,080 % оксида калия при массе навески глинозема 1 г и разбавлении раствора пробы до 250 $см^3$. Во все колбы

добавляют 5 $см^3$ раствора-фона и 10 $см^3$ раствора хлорида цезия. Доливают до метки водой и перемешивают. Раствор-фон добавляют для учета влияния кальция при определении натрия и калия.

Растворы хранят в полиэтиленовых сосудах не более 30 дней.

В растворах измеряют эмиссию калия, а затем натрия для построения градуировочного графика непосредственно до и после измерения эмиссии калия и натрия в растворе пробы, применяя светофильтр с максимумом пропускания при длинах волн 589—590 нм для натрия и 766—770 нм для калия.

Из значения эмиссий растворов для построения градуировочного графика вычитают значение эмиссии раствора, не содержащего стандартный раствор натрия и калия, и по полученным значениям и соответствующим им массовым долям оксида натрия и оксида калия строят градуировочный график.

8.4 Обработка результатов

8.4.1 Щелочность X (сумму массовых долей оксида натрия и оксида калия в пересчете на оксид натрия) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = Na_2O + 0{,}66K_2O, \quad (7)$$

где Na_2O — массовая доля оксида натрия, найденная по градуировочному графику, %;

K_2O — массовая доля оксида калия, найденная по градуировочному графику, %;

0,66 — коэффициент пересчета массовой доли оксида калия на массовую долю оксида натрия.

8.4.2 Допускаемые расхождения наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице 5.

Таблица 5

Щелочность (сумма массовых долей оксида натрия и оксида калия в пересчете на оксид натрия), %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	Предел повторяемости, r	Предел воспроизводимости, R
От 0,03 до 0,07 включ.	0,01	0,02
Св. 0,07 » 0,20 »	0,02	0,03
» 0,20 » 0,40 »	0,04	0,06
» 0,40 » 0,80 »	0,06	0,10

9 Метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой определения содержания суммы оксида натрия и оксида калия в пересчете на оксид натрия, оксида кальция и оксида цинка

9.1 Сущность метода

Измерения массовых долей оксида натрия, оксида калия, оксида кальция и оксида цинка выполняют методом оптической атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой.

Метод основан на разложении пробы, возбуждении атомов жидкой пробы в аргоновой плазме, разложении в оптической системе излучения в спектр и последующем измерении интенсивности линий определяемых элементов (таблица 6).

Таблица 6

Элемент	Длина волны, нм
Натрий	589,592
Калий	766,491
Кальций	317,933
Цинк	213,856

9.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

Допускается применение других средств измерений, оборудования и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

Применяемые реактивы должны иметь квалификацию не ниже «чистый для анализа» (ч. д. а.) согласно ГОСТ 13867.

Оптический атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой.

Весы лабораторные специального и высокого класса точности по ГОСТ 24104 с верхним пределом взвешивания, не превышающим 220 г.

Аргон газообразный или жидкий высшего сорта по ГОСТ 10157.

Лития карбонат по нормативно-технической документации изготовителя.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная в соотношении 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная в соотношении 1:1, 1:5.

Стакан стеклоуглеродный или кварцевый, вместимостью 500 $см^3$.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Цинк металлический по ГОСТ 3640.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кальция оксид по ГОСТ 8677.

Цинка оксид по ГОСТ 10262.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069, стружка.

Раствор алюминия: стружку алюминия марки А995 в течение 10 мин обрабатывают соляной кислотой, разбавленной 1:5, промывают дистиллированной водой, высушивают. Навеску алюминия 10 г помещают в стеклоуглеродный тигель или кварцевый стакан вместимостью 500 $см^3$, частями приливают 150 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой емкости не более 30 дней.

Примечание — 1 $см^3$ полученного раствора содержит 40 мг алюминия.

Раствор-фон: 28 г лития углекислого помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 62 г борной кислоты и медленно приливают 500 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Объем доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Примечание — Раствор хранят в полиэтиленовой емкости.

9.3 Стандартные растворы

9.3.1 Стандартные растворы оксида натрия

Раствор А: 1,8860 г предварительно высушенного при температуре 500 °С в течение 30 мин и охлажденного в эксикаторе хлористого натрия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой емкости не более 30 дней.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг оксида натрия.

Раствор А1: 10 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой емкости не более 30 дней.

1 $см^3$ раствора А1 содержит 0,1 мг оксида натрия.

9.3.2 Стандартные растворы оксида калия

Раствор Б: 1,5830 г предварительно высушенного при температуре 500 °С в течение 30 мин и охлажденного в эксикаторе хлористого калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой емкости не более 30 дней.

1 $см^3$ раствора Б содержит 1 мг оксида калия.

Раствор Б1: 10 $см^3$ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой емкости не более 30 дней.

1 $см^3$ раствора Б1 содержит 0,1 мг оксида калия.

9.3.3 Стандартные растворы оксида кальция

Раствор В: 1,0000 г оксида кальция, предварительно прокаленного в платиновом тигле при температуре 1000 °С и охлажденного в эксикаторе, или 1,7847 г углекислого кальция, предварительно прокаленного при температуре 250 °С в течение 2 ч и охлажденного в эксикаторе, растворяют в стакане вместимостью 600 $см^3$ в 10 $см^3$ соляной кислоты и 15 $см^3$ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора В содержит 1 мг оксида кальция.

Раствор В1: 10 $см^3$ раствора В переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора В1 содержит 0,1 мг оксида кальция.

9.3.4 Стандартные растворы оксида цинка

Раствор Г: 0,8035 г цинка или 1,0000 г предварительно прокаленного при температуре 1000 °С в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе оксида цинка растворяют в стакане вместимостью 100 $см^3$ в 10 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Г содержит 1 мг оксида цинка.

Раствор Г1: 10 $см^3$ раствора Г переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Г1 содержит 0,1 мг оксида цинка.

Для приготовления стандартных растворов допускается применение сертифицированных стандартных образцов состава растворов ионов.

9.4 Подготовка к выполнению измерений

9.4.1 Приготовление градуировочных растворов

9.4.1.1 Приготовление градуировочных растворов оксида натрия

В шесть мерных колб вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают 12,5 $см^3$ раствора алюминия 50 $см^3$ раствора-фона, затем по 0; 5,0; 10,0 $см^3$ стандартного раствора А1, далее 2,5; 5,0; 25,0 $см^3$ стандартного раствора А, что соответствует 0; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 25,0 мг оксида натрия, доводят объем до метки дистиллированной водой, перемешивают.

9.4.1.2 Приготовление градуировочных растворов оксида калия

В шесть мерных колб вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают 12,5 $см^3$ раствора алюминия, 50 $см^3$ раствора-фона, затем по 0; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 25,0 $см^3$ стандартного раствора Б1, что соответствует 0; 0,1; 0,25; 0,5; 1,0; 2,5 мг оксида калия, доводят объем до метки дистиллированной водой, перемешивают.

9.4.1.3 Приготовление градуировочных растворов оксида кальция

В шесть мерных колб вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают 12,5 $см^3$ раствора алюминия, 50 $см^3$ раствора-фона, затем по 0; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 25,0 $см^3$ стандартного раствора В1, что соответствует 0,00; 0,10; 0,25; 0,50; 1,00; 2,50 мг оксида кальция, доводят объем до метки дистиллированной водой, перемешивают.

9.4.1.4 Приготовление градуировочных растворов оксида цинка

В шесть мерных колб вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают 12,5 $см^3$ раствора алюминия, 50 $см^3$ раствора-фона, затем по 0; 0,5; 1,0; 5,0; 10,0; 25,0 $см^3$ стандартного раствора Г1, что соответствует 0,00; 0,05; 0,10; 0,50; 1,00; 2,50 мг оксида цинка, доводят объем до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Готовые градуировочные растворы хранят в полиэтиленовых емкостях не более одного месяца.

9.4.2 Подготовку атомно-эмиссионного спектрометра к работе проводят в соответствии с Руководством по эксплуатации.

9.4.3 Для определения градуировочной характеристики измеряют интенсивность аналитического сигнала градуировочных растворов, приготовленных по 9.4.1, используя длины волн из таблицы 6. Обрабатывают результаты измерений при помощи программного обеспечения спектрометра, приводящего их к уравнению вида

$$I = A + B \cdot C, \quad (8)$$

где A, B — коэффициенты регрессии, рассчитанные методом наименьших квадратов;

I — интенсивность спектральной линии определяемого элемента;

C — массовая концентрация оксида определяемого элемента в растворе, мг/см^3.

9.4.4 По полученным данным строят градуировочный график зависимости интенсивности излучения спектральной линии определяемого элемента от массовой концентрации оксида определяемого элемента в растворе.

9.5 Выполнение измерений

9.5.1 Растворы пробы глинозема и контрольного опыта, подготовленные в соответствии с ГОСТ 23201.3—2023 (подраздел 4.2), при помощи перистальтического насоса подают в распылительную камеру спектрометра. Аналитические сигналы измеряют и обрабатывают при помощи программного обеспечения спектрометра.

9.5.2 При определении массовой доли оксида натрия, оксида калия, оксида кальция и оксида цинка в глиноземе выполняют два параллельных определения. Результатом единичного определения считают значение массовой доли оксида натрия, оксида калия, оксида кальция и оксида цинка, полученного при разложении одной навески пробы.

9.6 Обработка результатов

9.6.1 Массовую долю оксида натрия, оксида калия, оксида кальция и оксида цинка X, %, в пробе рассчитывают с помощью программного обеспечения спектрометра по формуле:

$$X = \frac{(C - C_0)V_к \cdot 100}{m \cdot 10^3}, \quad (9)$$

где C — массовая концентрация оксида определяемого элемента в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мг/см^3;

C_0 — массовая концентрация оксида определяемого элемента в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, мг/см^3;

$V_к$ — объем раствора пробы (объем мерной колбы, равный 100 см^3), см^3;

m — масса навески пробы, г;

10^3 — коэффициент пересчета массы пробы из г в мг.

9.6.2 Сумму массовых долей оксида натрия и оксида калия в пересчете на оксид натрия, X в процентах вычисляют по формуле

$$X = Na_2O + 0{,}66K_2O, \quad (10)$$

где Na_2O — массовая доля оксида натрия, рассчитанная А.6.1;

K_2O — массовая доля оксида калия, рассчитанная А.6.1;

0,66 — коэффициент пересчета массовой доли оксида калия на массовую долю оксида натрия.

9.6.3 За результат измерений принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождения между которыми не должны превышать значений предела повторяемости, указанных в таблицах 7—9.

Таблица 7

Сумма массовых долей оксида натрия и оксида калия в пересчете на оксид натрия, %	Допускаемые расхождения результатов (% отн.)	
	Предел повторяемости, r	Предел воспроизводимости, R
От 0,01 до 0,05 включ.	39	55
Св. 0,05 до 0,10 включ.	19	28
Св. 0,10 до 0,40 включ.	14	19
Св. 0,40 до 1,00 включ.	11	14

Таблица 8

Массовая доля оксида кальция, %	Допускаемые расхождения результатов (% отн.)	
	Предел повторяемости, *r*	Предел воспроизводимости, *R*
От 0,0030 до 0,0050 включ.	44	61
Св. 0,0050 до 0,0100 включ.	39	53
Св. 0,0100 до 0,1000 включ.	19	28

Таблица 9

Массовая доля оксида цинка, %	Допускаемые расхождения результатов (% отн.)	
	Предел повторяемости, *r*	Предел воспроизводимости, *R*
От 0,0001 до 0,0020 включ.	39	55
Св. 0,0020 до 0,0050 включ.	33	44
Св. 0,0050 до 0,0100 включ.	25	33
Св. 0,0100 до 0,0400 включ.	14	19

9.7 Протокол измерений

Протокол измерений должен содержать следующие данные (более широко представлены в ГОСТ ISO/IEC 17025):

- идентификацию исследуемого материала;
- ссылку на настоящий стандарт и примененный метод;
- результаты измерений и метод их выражения;
- особенности, отмеченные в процессе проведения измерений;
- любые операции, не предусмотренные в настоящем стандарте или считающиеся необязательными.

УДК 622.712:543.06:006.354

МКС 73.060.040
71.100.10

Ключевые слова: глинозем, оксид натрия, оксид калия, оксид цинка, оксид кальция, щелочность

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 17.11.2023. Подписано в печать 29.11.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,37.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 25542.3—2023 Глинозем. Методы определения оксида натрия, оксида калия, оксида цинка, оксида кальция и щелочности

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(ИУС № 7 2024 г.)

МКС 73.060.040
71.100.10

Поправка к ГОСТ 25542.3—2023 Глинозем. Методы определения оксида натрия, оксида калия, оксида цинка, оксида кальция и щелочности

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 9.6.2	Сумму массовых долей оксида натрия и оксида калия в пересчете на оксид натрия, X в процентах вычисляют по формуле $X = Na_2O + 0,66K_2O,$ (10) где Na_2O — массовая доля оксида натрия, рассчитанная А.6.1; K_2O — массовая доля оксида калия, рассчитанная А.6.1; 0,66 — коэффициент пересчета массовой доли оксида калия на массовую долю оксида натрия.	Сумму массовых долей оксида натрия и оксида калия в пересчете на оксид натрия, X в процентах вычисляют по формуле $X = Na_2O + 0,66K_2O,$ (10) где Na_2O — массовая доля оксида натрия, рассчитанная по 9.6.1; K_2O — массовая доля оксида калия, рассчитанная по 9.6.1; 0,66 — коэффициент пересчета массовой доли оксида калия на массовую долю оксида натрия.

(ИУС № 11 2024 г.)

gost.e-ecolog.ru