МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ГЛИНОЗЕМ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЩЕЛОЧНОСТИ

Издание официальное

БЗ 1—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

**1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России**

**ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации**

**2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.**

**За принятие проголосовали:**

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|
| Республика Кыргызстан | Кыргызстандарт |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикстандарт |
| Туркменистан | Туркменглавгосинспекция |

**3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 13583.5—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1995 г.**

**4 ВЗАМЕН ГОСТ 13583.5—81**

© ИПК Издательство стандартов, 1995

**Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен на территории Российской Федерации в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России**

УДК 669.712:543.241.2:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ГЛИНОЗЕМ

## Метод определения щелочности

Alumina. Method for the determination of alkalinity

ГОСТ 13583.5—93

ОКСТУ 1711

Дата введения 1995—01—01

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения щелочности (суммы оксидов натрия и калия в пересчете на оксид натрия) глинозема при массовой доле от 0,03 до 0,8 %.

Метод основан на определении оксидов натрия и калия в растворе, полученном после кипячения глинозема в воде.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25542.0.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотометр пламенный.

Ацетилен технический по ГОСТ 5457.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:10.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Раствор А: 0,7544 г хлористого натрия и 0,0633 г хлористого калия, предварительно высушенных при температуре 110 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в воде. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Раствор А содержит 0,4 г/дм³ оксида натрия и 0,04 г/дм³ оксида калия. Раствор хранят в кварцевой или полиэтиленовой посуде.

Издание официальное

Раствор-фон: 0,2856 г углекислого кальция, предварительно высушенного при температуре 110 °С, растворяют при нагревании в 10 см³ раствора соляной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Раствор-фон содержит 0,16 г/дм³ оксида кальция.

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску глинозема массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ и приливают 150 см³ горячей воды. Содержимое кипятят 20 мин, раствор охлаждают и переносят вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 250 см³, 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.

Раствор контрольного опыта готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 250 см³ отбирают 10 см³ раствора-фона, доливают до метки водой и перемешивают.

На пламенном фотометре измеряют эмиссию калия, а затем натрия в растворе параллельно с растворами для построения градуировочных графиков и контрольного опыта, применяя светофильтры с максимумом 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 градуировочным графикам.

3.2. Для построения градуировочных графиков готовят растворы 1—6.

Для раствора 1 в мерную колбу вместимостью 500 см³ отбирают пипеткой 40,0 см³ раствора А и 10,0 см³ раствора-фона, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор-фон добавляют для учета влияния кальция при определении натрия и калия.

Растворы 2—6 готовят последовательным разбавлением водой 1:1 каждого предыдущего раствора. Растворы хранят в полиэтиленовых сосудах.

В полученных растворах массовая доля оксидов натрия и калия соответствует массовой доле в пробе 0,80; 0,40; 0,20; 0,10; 0,050 и 0,025 % оксида натрия и 0,080; 0,040; 0,020; 0,010; 0,005 и 0,0025 % оксида калия при навеске глинозема массой 1 г и разбавлении раствора до 250 см³.

Измеряют эмиссию растворов для построения градуировочных графиков и контрольного опыта, приготовленного согласно п. 3.1, применяя светофильтры с максимумом пропускания при длинах волн 589—590 нм для натрия и 766—770 нм для калия. Вычисляют разность эмиссий растворов для построения градуировочных графиков и раствора контрольного опыта. По полученным значениям и соответствующим им массовым долям оксида натрия и оксида калия строят градуировочные графики.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Щелочность (сумму массовых долей оксида натрия и оксида калия в пересчете на оксид натрия) ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = Na_2O + 0{,}66K_2O,$$

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.

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

| Щелочность, % | Допускаемое расхождение, % (абс.) | |
|---|---|---|
| | $d_{сх}$ | $d_{вс}$ |
| 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 |

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела |
|---|---|
| ГОСТ 3118—77 | 2 |
| ГОСТ 4233—77 | 2 |
| ГОСТ 4234—77 | 2 |
| ГОСТ 4530—76 | 2 |
| ГОСТ 5457—75 | 2 |
| ГОСТ 25542.0—93 | 1 |

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Л. А. Кузнецова*
Корректор *А. С. Черноусова*

Сдано в наб. 09.06.95. Подп. в печ. 27.07.95. Усл. печ. л. 0,35. Усл. кр.-отт. 0,35. Уч.-изд. л. 0,27. Тир. 414 экз. С 2681.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1417
ПЛР № 040138

**Изменение № 1 ГОСТ 13583.5—93 Глинозем. Метод определения щелочности**

**Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 14 от 12.11.98)**

**Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 3103**

За принятие изменения проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Беларуси |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизская Республика | Киргизстандарт |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикгосстандарт |
| Туркменистан | Главная государственная инспекция Туркменистана |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

Вводную часть перед словом «устанавливает» дополнить словом: «эмиссионный».

Стандарт дополнить разделом — 1а (перед разд. 1):

**«1а. Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

| | |
|---|---|
| ГОСТ 3118—77 | Кислота соляная. Технические условия |
| ГОСТ 4233—77 | Натрий хлористый. Технические условия |
| ГОСТ 4234—77 | Калий хлористый. Технические условия |
| ГОСТ 4530—76 | Кальций углекислый. Технические условия |
| ГОСТ 5457—75 | Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия |
| ГОСТ 25389—93 | Глинозем. Подготовка пробы к испытанию |
| ГОСТ 25542.0—93 | Глинозем. Общие требования к методам химического анализа». |

Раздел 2. Первый абзац перед словом «пламенный» дополнить словом: «эмиссионный»;

дополнить абзацем (после второго): «Цезия хлорид, раствор с массовой долей 1 %»;

седьмой абзац изложить в новой редакции:

«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»;

последний абзац изложить в новой редакции: «1 $см^3$ раствора-фона содержит 0,00016 г оксида кальция».

Пункт 3.1. Первый абзац после слов «вместимостью 250 $см^3$» дополнить словами: «добавляют 10 $см^3$ раствора хлорида цезия»;

второй абзац изложить в новой редакции:

«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»;

третий абзац после слов «натрия в растворе» дополнить словом: «пробы»; после слова «максимумом» дополнить словом: «пропускания»;

третий, четвертый абзацы. Заменить слова: «градуировочные графики» на «градуировочный график» (2 раза).

Пункт 3.2 изложить в новой редакции:

«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.

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».

Пункт 4.2 после слов «Допускаемые расхождения» дополнить словами: «наибольшего и наименьшего».

(ИУС № 8 1999 г.)

gost.e-ecolog.ru