ГОСТ 25390—93
(ИСО 2069—76)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА КАЛЬЦИЯ

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 стандартизации
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Госдепартамент Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 25390—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95

4 ВЗАМЕН ГОСТ 25390—82

© 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 669.712:546.41—31.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ
Метод определения оксида кальция

Alumina. Method for the determination of calcium oxide

ГОСТ 25390—93 (ИСО 2069—76)

ОКСТУ 1711

Дата введения 01.01.95

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на глинозем, используемый преимущественно для производства алюминия, и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения оксида кальция при массовой доле от 0,003 до 0,035 %.

Дополнения и изменения, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 25542.0 Глинозем. Общие требования к методам химического анализа.

ГОСТ Р 50332.1 Глинозем. Методы разложения пробы и приготовление раствора.

ГОСТ 27798 Глинозем. Отбор и подготовка проб.

ГОСТ 25389 Глинозем. Метод подготовки пробы к испытанию.

3. 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.

Издание официальное

4. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

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 ($\rho = 1{,}19$ 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., $\rho = 1{,}130$ г/$см^3$.

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

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069.

Раствор алюминия (кислотный): взвешивают 11 г сверхчистого алюминия (99,999 %) в виде стружек, полученных при сверлении или резании, и протравливают в небольшом количестве 68 %-ного раствора азотной кислоты ($\rho = 1{,}40$ г/$см^3$). Протравленные стружки промывают водой и высушивают ацетоном. Навеску этих стружек 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 1 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.

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 со-

ляной кислоты, затем каплю ртути или 1 см³ раствора хлористого никеля. После завершения бурной реакции раствор нагревают до полного растворения стружки, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0265 г алюминия.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 8 г/дм³, 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 см³ воды и переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³. Доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ полученного раствора содержит 8 мг оксида натрия. Раствор хранят в бутыли из материала, не содержащего кальция и натрия *(из полиэтилена)*.

Допускается раствор натрия готовить следующим образом: 1,8851 г хлористого натрия, предварительно высушенного при температуре 110 °С и охлажденного в эксикаторе, растворяют в 200 см³ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора соответствует 4,0 г 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 см³ в 10 см³ соляной кислоты и 15 см³ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г оксида кальция.

Раствор Б: 100 см³ *раствора А* переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ *раствора Б* содержит 0,0001 г оксида кальция.

Раствор В: 100 см³ *раствора Б* переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ *раствора В* содержит 0,00002 г оксида кальция.

Раствор Г: 50 см³ раствора В переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Г содержит 0,00001 г оксида кальция.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. Определение массовой доли оксида кальция при помощи градуировочного графика

5.1.1. Для анализа используют раствор, приготовленный по ГОСТ Р 50332.1 (в случае использования раствора пробы, приготовленного методом разложения пробы сплавлением, применяют азотнокислый раствор).

5.1.1.1. При кислотном разложении к раствору, полученному после разложения 2 г *(1 г)* пробы и помещенному в мерную колбу вместимостью 100 см³ *(50 см³)*, добавляют (5—2,5x) см³ раствора натрия, где x — массовая доля оксида натрия в пробе в процентах, определенная ГОСТ 25542.3. Затем к раствору добавляют 45,6 *(2,28 г)* хлористого лантана или 10 см³ *(5 см³)* триэтаноламина, доливают до метки водой и перемешивают. Массовая доля оксида натрия по отношению к массе пробы должна составлять 2 %.

5.1.1.2. *При разложении пробы сплавлением к раствору, полученному после разложения 5 г и помещенному в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 0,7 г хлористого лантана, доливают до метки водой и перемешивают.*

Раствор контрольного опыта готовят по ГОСТ Р 50332.1, добавляя в мерную колбу 20 см³ раствора алюминия при кислотном разложении пробы и 100 см³ раствора алюминия при разложении пробы сплавлением. Раствор хлористого лантана добавляют в количествах, указанных в пп. 5.1.1.1 и 5.1.1.2.

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.

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

5.1.2.1. При кислотном разложении пробы в семь мерных колб вместимостью 50 см³ каждая отбирают по 20 см³ раствора алюминия, 5 см³ раствора натрия, 2,28 г хлористого лантана или 5 см³ триэтаноламина, добавляют 0; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³ 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.

5.1.2.2. *При щелочном разложении пробы в семь мерных колб вместимостью 250 см³ каждая помещают по 100 см³ раствора алюминия, 12 г углекислого натрия, 4 г борной кислоты, 50 см³ раствора азотной кислоты и 0,7 г хлористого лантана. Затем добавляют 0; 5,0; 12,5; 25,0 см³ стандартного раствора кальция В и 10,0; 15,0; 20,0 см³ 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.

5.2. Определение массовой доли оксида кальция методом добавок.

5.2.1. Для анализа используют раствор пробы, приготовленный по ГОСТ Р 50332.1 (в случае использования раствора, приготовленного методом разложения пробы сплавлением, применяют азотно-кислый раствор).

5.2.2. В три мерные колбы вместимостью 25 см³ каждая отбирают аликвотные части раствора пробы: при массовой доле оксида кальция от 0,01 до 0,035 % — по 5 см³; при массовой доле оксида кальция от 0,005 до 0,01 % — по 10 см³, при массовой доле оксида кальция от 0,003 до 0,005 % — по 20 см³. В первую колбу не добавляют стандартный раствор кальция, во вторую — добавляют 1,0 см³ стандартного раствора кальция Г, в третью — 2,0 см³ 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 п. 5.1.1.2, 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.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. Массовую долю оксида кальция (X) в процентах при определении с помощью градуировочного графика вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса оксида кальция в растворе пробы, найденная по градуировочному графику (п. 5.1.2.2), г;

m — масса навески, г.

6.2. Массовую долю оксида кальция (X) в процентах при определении методом добавок вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

где m_1 — масса оксида кальция в растворе пробы, найденная по графику (п. 5.2.1), г;

V_1 — объем основного раствора, см^3;

m — масса навески глинозема, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см^3.

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

Массовая доля оксида кальция, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	$d_{сх}$	$d_{в\,с}$
От 0,003 до 0,005 включ.	0,0015	0,002
Св. 0,005 » 0,010 »	0,0025	0,004
» 0,010 » 0,035 »	0,004	0,006

6.4. Массовую долю кальция в процентах в пересчете на оксид кальция (CaO) вычисляют по формуле

$$CaO = \frac{(m_0 - m_1) \cdot 50}{1000} = \frac{m_0 - m_1}{20},$$

где m_0 — масса окиси кальция, обнаруженная в испытуемом растворе, мг;

m_1 — масса окиси кальция, обнаруженная в контрольном растворе, мг.

Результат выражают с точностью до 0,001 %.

7. ПРОТОКОЛ АНАЛИЗА

Протокол анализа должен содержать следующие данные:

идентификацию исследуемого материала;

ссылку на применяемый метод;

результаты анализа;

особенности, отмеченные в процессе анализа;

операции, не предусмотренные в настоящем стандарте или считающиеся необязательными.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	4
ГОСТ 3118—77	4
ГОСТ 2603—79	4
ГОСТ 4038—79	4
ГОСТ 4233—77	4
ГОСТ 4461—77	4
ГОСТ 4530—76	4
ГОСТ 4658—73	4
ГОСТ 5457—75	4
ГОСТ 8677—76	4
ГОСТ 9656—75	4
ГОСТ 11069—74	4
ГОСТ 25389—93	2
ГОСТ 25542.0—93	2
ГОСТ 25542.3—93	5.1.1.1
ГОСТ 27798—93	2
ГОСТ Р 50332.1—92	2, 5.1.1, 5.1.1.2, 5.2.1

Редактор *М. И. Максимова*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *М. С. Кабашова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 09.06.95. Подп. в печ. 02 08 95 Усл. п. л. 0,58. Усл. кр.-отт. 0,58
Уч.-изд. л 0,53. Тир. 387 экз. С 2716.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1422
ПЛР № 040138