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 см^3 и растворяют в воде. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Раствор А содержит 0,4 г/дм^3 оксида натрия и 0,04 г/дм^3 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