**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ**

**И СЕРТИФИКАЦИИ**

**(МГС)**

**INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY**

**AND CERTIFICATION**

**(ISC)**

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й ГОСТ 25542.3-2021**

**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

**Не применяется до официального утверждения**

**Москва**

**Российский институт стандартизации**

**2021**

# Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в 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, применения, обновления и отмены».

**Сведения о стандарте**

1 РАЗРАБОТАН АО «РУСАЛ Менеджмент», Ассоциацией «Объединение производителей, поставщиков и потребителей алюминия» (Алюминиевая Ассоциация).

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 099 «Алюминий».

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от №

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 |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |

5 ВЗАМЕН ГОСТ 25542.3-93, ГОСТ 25390-93, ГОСТ13583.5-93, ГОСТ 13583.9-93

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)*

 © Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021

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](#_Toc77773949)

[2 Нормативные ссылки 1](#_Toc77773957)

[3 Общие требования 2](#_Toc77773958)

[4 Определение оксида натрия и оксида калия 2](#_Toc77773959)

5 [Полярографический метод определения оксида цинка 6](#_Toc77773971)

[6 Атомно-абсорбционный метод определения оксида цинка 10](#_Toc77773972)

[7 Определение оксида кальция 19](#_Toc77773969)

[8 Определение щелочности 18](#_Toc77773962)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**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 – – –**

# 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 1,0% и оксида калия при массовой доле от 0,01 до 0,6%. 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 0,1%;

# - 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;

# - методы определения оксида цинка:- полярографический - при массовой доле оксида цинка от 0,001 до 0,04%;

# - атомно-абсорбционный - при массовой доле оксида цинка от 0,002 до 0,04%.

# 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие документы:

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 195 Реактивы. Натрий сернистокислый. 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

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 8677 Реактивы. Кальция оксид. Технические условия

ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10262 Реактивы. Цинка окись. Технические условия

ГОСТ 11069 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 25389 Глинозем. Подготовка пробы к испытанию

ГОСТ 25542.0 Глинозем. Общие требования к методам химического анализа

ГОСТ 23201.3 Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления растворов

ГОСТ 27067 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 27798 Глинозем. Отбор и подготовка проб.

ГОСТ 25389 Глинозем. Метод подготовки пробы к испытанию.

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемых в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных 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](http://docs.cntd.ru/document/1200024748).

**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) со всеми принадлежностями.

Ацетилен технический по [ГОСТ 5457](http://docs.cntd.ru/document/1200008449).

Бутан-пропан газообразный.

Вода, дважды дистиллированная в кварцевом аппарате, для приготовления растворов и проведения анализа.

Кислота соляная по [ГОСТ 3118](http://docs.cntd.ru/document/1200017281) и раствор 1 моль/дм3.

Кислота серная по [ГОСТ 4204](http://docs.cntd.ru/document/1200017346).

Смесь соляной и серной кислот в соотношении 10:1.

Кислота борная по [ГОСТ 9656](http://docs.cntd.ru/document/1200017419).

Натрий хлористый по [ГОСТ 4233](http://docs.cntd.ru/document/1200006713).

Калий хлористый по [ГОСТ 4234](http://docs.cntd.ru/document/1200017358).

**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 см3 воды, плав выщелачивают. Затем тигель вынимают и обмывают водой в стакан. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см3, 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 см3. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

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

Раствор Б: 50,0 см3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

1 см3 раствора Б содержит 0,0002 г оксида натрия.

Стандартные растворы 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 см3. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

1 см3 раствора В содержит 0,001 г оксида калия.

Раствор Г: 50,0 см3 раствора В переносят в мерную колбу вместимостью 250 см3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

1 см3 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 см3 раствора пробы, приготовленного по методу разложения пробы кислотами под давлением по ГОСТ 23201.3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см3, 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 600-700°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 см3 раствора соляной кислоты и выщелачивают плав при нагревании. Затем тигель вынимают из стакана и обмывают горячей водой в стакан. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют 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 см3 каждая помещают при кислотном разложении по 4 см3 смеси кислот или при спекании пробы с борной кислотой по 50 см3 раствора-фона, затем в семь из них отбирают 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 и 25,0 см3 стандартного раствора натрия Б, что соответствует 0,0002; 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003; 0,004 и 0,005 г оксида натрия. Все колбы доливают до метки водой и перемешивают. Растворы хранят в кварцевой или полиэтиленовой посуде. 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 новый ряд растворов с добавкой стандартного раствора калия соответственно массовой доле оксида калия и измеряют вновь эмиссию или атомную абсорбцию натрия в растворах. Массу оксида натрия в растворе пробы находят по новому градуировочному графику.

Для построения градуировочного графика оксида калия в восемь мерных колб вместимостью 100 см3 каждая помещают при кислотном разложении по 4 см3 смеси кислот или при спекании пробы с борной кислотой по 50 см3 раствора-фона, затем в семь из них отбирают 0,2; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0 и 15,0 см3 стандартного раствора калия Г, что соответствует 0,00004; 0,0001; 0,0002; 0,0005; 0,001; 0,002 и 0,003 г оксида калия. Все колбы доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в кварцевой или полиэтиленовой посуде. 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 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. Разбавление растворов в настоящем случае осуществлялось раствором-фоном.

**4.4 Обработка результатов**

4.4.1 Массовую долю оксида натрия или оксида калия (*Х*) в процентах вычисляют по формуле

|  |  |
| --- | --- |
| $$X=\frac{m\_{1}∙K}{m}∙100$$ | (1) |

где *m1*- масса оксидов натрия или калия, найденная по градуировочному графику, г;

*m* - масса навески глинозема, г;

*K*- коэффициент, учитывающий разбавление (в соответствии с п.4.3.3).

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.) |
| *dсх* | *dвс* |
| 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 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/дм3.

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 см3 воды. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью
500 см3, добавляют 200 см3 аммиака, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в плотно закрытом сосуде не более 5 дней.

Стандартные растворы 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 см3 в 5 см3 раствора соляной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см3 раствора А содержит 0,0001 г оксида цинка.

Раствор Б: 25,0 см3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью
250 см3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед использованием. 1 см3 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 см3 помещают в делительную воронку вместимостью 250 см3, добавляют 20 см3 0,5 моль/дм3 раствора серной кислоты, 15 см3 воды, 5 см3 раствора роданистого аммония, 15 см3 этилового эфира и встряхивают 1 мин. После расслоения фаз водную фазу сливают в другую делительную воронку, добавляют 15 см3 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/дм3, добавляя ее по 5 см3. Затем эфирный слой сливают в стакан вместимостью 50 см3 и выпаривают на водяной бане досуха. К охлажденному остатку по каплям добавляют 1 см3 азотной кислоты. После прекращения бурной реакции добавляют 1 см3 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 см3 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 ($E1/2Zn=-1,05 В$).

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 см3.

5.4.4. Аликвотную часть серно-кислого раствора контрольного опыта, приготовленного разложением пробы сплавлением по ГОСТ 23201.3, объемом 25,0 см3 помещают в делительную воронку вместимостью 250 см3, добавляют 20 см3 раствора серной кислоты 0,5 моль/дм3 15 см3 воды, 5 см раствора роданистого аммония, 15 см3 этилового эфира и проводят анализ, как указано выше.

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 см3 каждая приливают из микробюретки 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 см3 стандартного раствора Б и 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 см3 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 см3 раствора серной кислоты 0,5 моль/дм3, 22 см3 воды, 5 см3 раствора роданистого аммония, 15 см3 этилового эфира и далее поступают согласно пп.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 пп. 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 см3 помещают в делительную воронку вместимостью 250 см3, добавляют 20 см3 0,5 моль/дм3 раствора серной кислоты, 15 см3 воды и 2,5 см3 стандартного раствора Б (что соответствует 0,005% оксида цинка при навеске пробы 0,5 г). Затем добавляют 5 см3 раствора роданистого аммония, 15 см3 этилового эфира и далее поступают согласно пп. 5.4.1-5.4.5.

Одновременно проводят анализ раствора контрольного опыта без добавления стандартного раствора цинка. Массовую долю оксида цинка вычисляют согласно п.5.5.

**5.5 Обработка результатов**

5.5.1 Массовую долю оксида цинка () в процентах при проведении анализа по пп. 5.4.1-5.4.5 определяют по градуировочному графику.

5.5.2 Массовую долю оксида цинка () в процентах при проведении анализа по п.7.4.6 вычисляют по формуле:

|  |  |
| --- | --- |
| $$X=\frac{c∙h\_{1}}{h}$$ | (2) |

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;

*h1*- 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.) |
| *dсх* | *dвс* |
| От  | 0,001  | до  | 0,002  | включ. | 0,001 | 0,002  |
| Св. | 0,002  | " | 0,005  | " | 0,0015 | 0,002  |
| " | 0,005  | " | 0,010  | " | 0,002 | 0,003  |
| " | 0,010  | " | 0,040  | " | 0,003 | 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 со всеми принадлежностями и источником 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/дм3.

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/дм3: 26,50 г алюминия помещают в стакан вместимостью 1000 см3 и небольшими порциями добавляют 600 см3 раствора соляной кислоты, затем 1 см3 раствора хлористого никеля или каплю ртути. После прекращения бурной реакции раствор нагревают до полного растворения стружки, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см3, 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 см3 в 5 см3 раствора соляной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см3 раствора А содержит 0,0001 г оксида цинка.

Раствор Б: 20,0 см3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см3 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 см3 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см3, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор контрольного опыта готовят ГОСТ 23201.3, добавляя в мерную колбу вместимостью 250 см3 20 см3 раствора алюминия при кислотном разложении пробы или 100 см3 раствора алюминия при щелочном разложении пробы сплавлением. Аликвотную часть раствора контрольного опыта объемом 25 см3 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см3.

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 см3 каждая отбирают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 7,5 и 10,0 см3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,0001; 0,00015; 0,0002 г оксида цинка. Во все колбы добавляют по 10 см3 раствора алюминия. При щелочном сплавлении во все колбы добавляют также по 1,2 г углекислого натрия, 0,4 г борной кислоты и 5 см3 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 () в процентах вычисляют по формуле:

|  |  |
| --- | --- |
| $$X=\frac{m\_{1}∙V\_{1}}{m∙V\_{2}}∙100$$ | (3) |

где *m*1 - масса оксида цинка, найденная по градуировочному графику, г;

*V*1 - объем основного раствора, см3;

m - масса навески глинозема, г;

*V*2 - объем аликвотной части раствора, см3.

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

Таблица 3

|  |  |
| --- | --- |
| Массовая доля оксида цинка, % | Допускаемое расхождение, % (абс.) |
| *dсх* | *dвс* |
| От  | 0,002  | до  | 0,005  | включ. | 0,002 | 0,003  |
| Св. | 0,005  | " | 0,010  | " | 0,0025 | 0,004  |
| " | 0,010  | " | 0,040  | " | 0,003 | 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 см3.

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 (p=1,19 г/см3) 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/дм3. Лантан хлористый кристаллический.

Триэтаноламин, ч., p=1,130 г/см3.

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 сверхчистого алюминия (99,999%) в виде стружек, полученных при сверлении или резании, и протравливают в небольшом количестве 68%-ного раствора азотной кислоты (p=1,40 г/см3). Протравленные стружки промывают водой и высушивают ацетоном. Навеску этих стружек массой 10,588 г помещают в химический стакан достаточной емкости (например 500 см3) и добавляют 144 см3 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 см3, доливают водой до метки и перемешивают.

Допускается готовить раствор алюминия следующим образом: 26,5 г алюминиевой стружки помещают в стакан вместимостью 1000 см3 и добавляют небольшими порциями 600 см3 раствора соляной 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 в пересчёте 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 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 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 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.

**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 см3 (50 см3), добавляют (5-2,X) см3 раствора натрия, где X - массовая доля оксида натрия в пробе в процентах, определенная в соответствии с п. 4.4.1. Затем к раствору добавляют 4,56 (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%.

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 23201.3, 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 выше.

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 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.

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.

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 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 см3стандартного 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. 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:

, (4)

где m1- масса оксида кальция в растворе пробы, найденная по градуировочному графику (п.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:

, (5)

где m1 - масса оксида кальция в растворе пробы, найденная по графику (п.7.4.2), г;

V1 - объем основного раствора, см3;

m - масса навески глинозема, г;

V2 - объем аликвотной части раствора, см3.

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

|  |  |
| --- | --- |
| Массовая доля оксида кальция | Допускаемое расхождение, % (абс.) |
| *dсх* | *dвс* |
| 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  |

**8 Определение щелочности**

**8.1 Аппаратура и реактивы**

Фотометр эмиссионный пламенный.

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 см3 и растворяют в воде. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. 1 см3 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 см3 раствора соляной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см3 раствора-фона содержит 0,00016 г оксида кальция.

**8.3 Проведение анализа**

6.3.1 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 добавляют 10 см3 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 см3 отбирают 10 см3 раствора-фона, 10 см3 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.

6.3.2. Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 250 см3 каждая отбирают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0 и 16,0 см3 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 см3. Во все колбы добавляют 5 см3 раствора-фона и 10 см3 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.

**8.4. Обработка результатов**

84.1. Щелочность (сумму массовых долей оксида натрия и оксида калия в пересчете на оксид натрия) (*Х*) в процентах вычисляют по формуле:

, (6)

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

К2О- 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 параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице 5.

Таблица 5.

|  |  |
| --- | --- |
| Щелочность, % | Допускаемое расхождение, % (абс.) |
| *dсх* | *dвс* |
| 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  |

УДК 669.2 ОКС 73.060.40 МКС 73.060

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

Организация-разработчик

1. Акционерное общество «РУСАЛ Менеджмент»

Адрес: 121096, г. Москва, ул. Василисы Кожиной, д.1, этаж 2, помещение 24.

Е-mail: Aleksey.Chashchin@rusal.com

Руководитель разработки стандарта

Начальник отдела А.В.Чащин

должность                                                                  личная подпись                             инициалы, фамилия

2. Ассоциация "Объединение производителей, поставщиков и потребителей алюминия " (Алюминиевая Ассоциация).

Адрес: 123100,  г. Москва, Краснопресненская набережная, д. 8.

Е-mail: info@aluminas.ru

Руководитель разработки стандарта

Сопредседатель Ассоциации И.С. Казовская

 должность                                                                  личная подпись                             инициалы, фамилия

Исполнитель:

Менеджер
АО «Русал Менеджмент» В.А. Шубочкин

 должность                                                                  личная подпись                             инициалы, фамилия