

СВИНЕЦ

Методы определения натрия и калия

Lead. Methods of sodium and potassium determination

ГОСТ
26880.2-86Взамен
ГОСТ 20580.9-80,
ГОСТ 20580.12-80

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 апреля 1986 г. № 1073 срок действия установлен

с 01.01.87.
до 01.01.92.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и атомно-эмиссионный методы определения натрия и калия в металлическом свинце при массовой доле натрия от $5 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$ и калия от $5 \cdot 10^{-4}$ до $4 \cdot 10^{-2}\%$.

Метод основан на измерении абсорбции или эмиссии резонансных линий натрия 589,0 и 589,6 нм и калия 766,5 нм при введении анализируемых и градуировочных растворов в воздушно-ацетиленовое или бутан-пропановое пламя. Пробы свинца предварительно переводят в раствор разложением в разбавленной азотной кислоте.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 26880.1-86.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Требования безопасности — по ГОСТ 26880.1-86.

3. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с вариантом эмиссионной работы и источниками излучения для натрия и калия или пламенный фотометр.



Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78 марки ОС.Ч. 17—4 и растворы 1:3 и 1:6.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—79 с массовой долей калия не более 0,0004%, раствор 100 г/дм³ натрия. Для проверки чистоты азотнокислого натрия готовят раствор 100 г/дм³ натрия, затем в мерную колбу вместимостью 50 см³ переносят 2,5 см³ приготовленного раствора, доводят до метки водой и перемешивают. Измеряют эмиссию или абсорбцию этого раствора. Если она составляет примерно 20% от концентрации меньшего (0,1 мкг/см³) градуировочного раствора (что соответствует массовой доле калия 0,0004%), то эта соль пригодна для работы.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Стандартный раствор натрия.

2,5421 г предварительно просушенного в сушильном шкафу при температуре $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$ в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе хлористого натрия растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг натрия.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Стандартный раствор калия.

1,9067 г предварительно просушенного в сушильном шкафу при температуре $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$ в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе хлористого калия растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг калия.

Из стандартных растворов, содержащих по 1 мг/см³ натрия и калия, методом последовательного разбавления каждого в 10, 100 и 1000 раз готовят стандартные растворы, содержащие по 100, 10 и 1 мкг/см³ соответственно натрия или калия.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, перегнанная в кварцевом аппарате или очищенная на ионообменной колонке.

4. ПОДГОТОВКА ПРОБ К АНАЛИЗУ

4.1. Градуировочные растворы для определения натрия и калия готовят в соответствии с табл. 1.

Градуировочные растворы для натрия готовят в диапазоне от 0,1 до 5 мкг/см³, для калия — от 0,1 до 10 мкг/см³.

Градуировочные растворы готовят в мерных колбах вместимостью 50 см³. Во все колбы добавляют по 3 см³ азотной кислоты, доводят до метки водой, перемешивают и переливают в кварцевую или полиэтиленовую посуду. Если измерение проводят в пламени ацетилен — воздух, то во все градуировочные растворы для измерения калия вводят по 2,5 см³ раствора азотнокислого натрия.

Таблица 1

Содержание натрия или калия в градуировочном растворе, мкг/см ³	Количество стандартного раствора с массовой концентрацией в мкг/см ³ , требуемое для приготовления градуировочных растворов натрия или калия, см ³		
	100	10	1
0,1	—	—	5
0,2	—	—	10
0,5	—	2,5	—
1	—	5	—
2	—	10	—
5	2,5	—	—
10	5	—	—

Градуировочные растворы, содержащие менее 1 мкг/см³ натрия или калия, готовят в день выполнения измерений.

Для учета загрязнений, внесенных реактивами в растворы для построения градуировочного графика готовят контрольный раствор, который содержит азотную кислоту, воду и раствор азотнокислого натрия (при определении калия в пламени ацетилен—воздух).

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. Навеску пробы массой $(2,000 \pm 0,100)$ г помещают в кварцевый, фторопластовый стакан или стакан из стеклоглосера и очищают загрязненную часть поверхности промыванием в течение 30 с 10 см³ раствора HNO₃ 1:3 и 1:6 для пробы в виде кусочков и стружки соответственно. Раствор кислоты сливают, пробу промывают несколько раз водой из промывалки, держа стакан наклонно. Затем в стакан добавляют 30 см³ раствора азотной кислоты 1:3, закрывают крышкой и разлагают при нагревании. Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 20 см³ воды, 6 см³ азотной кислоты, подогревают до растворения солей, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой, перемешивают, переливают во фторопластовый, кварцевый стакан или стакан из стеклоглосера и закрывают крышкой. При разложении проводят контрольный опыт.

Если используют пламя ацетилен—воздух, то для определения калия берут отдельную навеску или, если позволяет содержание калия, разбавляют пробу для введения раствора азотнокислого натрия из расчета 5 см³ на каждые 100 см³ раствора.

Измеряют атомную абсорбцию или эмиссию в пламени ацетилен—воздух или бутан—пропан—воздух по аналитическим линиям длин волн: 589,0 и 589,6 нм для натрия и 766,5 нм для калия. При измерении применяют метод «ограничивающих рас-

воров», что означает получение отсчетов для раствора пробы и двух градуировочных растворов, один из которых дает больший, а другой меньший отсчет по сравнению с отсчетом для раствора пробы.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. По полученным значениям атомной абсорбции или эмиссии для градуировочных растворов после вычитания значения атомной абсорбции или эмиссии контрольного раствора и соответствующим им массовым долям натрия или калия строят градуировочный график.

Массовую долю натрия или калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(a - a_0) \cdot V}{m \cdot 1000} \cdot 100,$$

где a — содержание определяемого элемента в растворе пробы с учетом коэффициента разбавления, мкг/см³;

a_0 — содержание определяемого элемента в растворе контрольного опыта, мкг/см³;

m — масса пробы, мг;

V — объем раствора пробы, см³;

1000 — коэффициент пересчета мкг в мг.

6.2. Наибольшее расхождение трех параллельных определений не должно превышать допускаемого расхождения, рассчитанного по формуле

$$d = 3.31 \cdot S_{\text{рек}} \cdot \bar{X},$$

а расхождения двух анализов, выполненных в одной лаборатории, по формуле

$$d = 2.77 \cdot S_{\text{рс}} \cdot \bar{X},$$

где $S_{\text{рек}}$ и $S_{\text{рс}}$ — относительное среднее квадратическое отклонение сходимости и воспроизводимости соответственно;

\bar{X} — среднее арифметическое параллельных определений или анализов.

Значения относительных средних квадратических отклонений приведены в табл. 2.

Таблица 2

Определяемый элемент	Интервал массовых долей, %	Относительное среднее квадратическое отклонение сходимости	Относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости
Натрий Калий	От 0,0005 до 0,0200	0,04	0,05
	От 0,0005 до 0,0030	0,08	0,1
	Св. 0,003 > 0,006	0,06	0,07
	> 0,006 > 0,040	0,04	0,05

Изменение № 1 ГОСТ 26880.2—86 Свинец. Методы определения натрия и калия
Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета
СССР по стандартам от 24.04.87 № 1399

Дата введения 01.01.88

На обложке и первой странице под обозначением стандарта указать обозначение: (СТ СЭВ 5510—86).

Вводная часть. Первый абзац. Заменить значение: $2 \cdot 10^{-2} \%$ на $5 \cdot 10^{-2} \%$;
второй абзац. Заменить слово: «бутан-пропановое» на «воздушно-бутан-пропановое»;

дополнить абзацем: «Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5510—86».

Раздел 3. Стандартный ратвор калия после слов «и переливают» дополнить словами: «Хранят растворы в полиэтиленовой или кварцевой посуде».

Пункт 4.1. Второй абзац исключить.

Пункт 6.2. Таблица. 2. Заменить значение: «до 0,0200» на «до 0,0500».

(ИУС № 8 1987 г.)

Дата введения 01.03.92

По всему тексту стандарта заменить слова: «градировочные растворы» на «растворы сравнения» (вводная часть, разд. 3, пп. 4.1, 5.1, 6.1).

Раздел 3. Заменить ссылку и слова: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84, «марки ОС. Ч. 17—4» на «марки ОС. Ч. 18—4, ОС. Ч. 21—5»;

Раздел 4. Таблица 1. Головка. Заменить слово: «Содержание» на «Массовая концентрация».

Раздел 5. Первый абзац. Заменить значение: $(2,000 \pm 0,100)$ на $(2,000 \pm 0,200)$.

Раздел 5 (второй абзац), пункт 6.1 (второй абзац, экспликация). Заменить слово: «содержание» на «массовая концентрация» (3 раза).

Пункт 6.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Расхождение наибольшего и наименьшего из трех результатов параллельных определений не должно превышать значения, рассчитанного по формуле

$$d = 3,31 \cdot S_{rcx} \cdot \bar{X},$$

а наибольшее расхождение двух результатов анализа одной пробы, полученных в одной лаборатории, не должно превышать значения, рассчитанного по формуле

$$d = 2,77 \cdot S_{rb} \cdot \bar{X},$$

где S_{rcx} и S_{rb} — относительное среднее квадратическое отклонение сходимости и воспроизводимости соответственно;

\bar{X} — среднее арифметическое результатов параллельных определений или анализов».