УДК 669.884.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЛИТИЙ

Метод определения натрия, калия и кальция

Lithium.
Method for determination of sodium, potassium and calcium

ГОСТ 8775.2—87

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.88
до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения примесей натрия, калия и кальция (при массовой доле натрия от 0,003 до 0,2 %, калия от 0,001 до 0,02 %, кальция от 0,005 до 0,05 %) в литии.

Метод основан на возбуждении в воздушно-ацетиленовом пламени эмиссионного спектра натрия, калия и кальция и фотоэлектрической регистрации интенсивностей аналитических линий натрия, калия и кальция.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 8775.0—87.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрофотометр пламенный типа С-115 или другого типа с такими же или лучшими метрологическими характеристиками.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Стаканы кварцевые по ГОСТ 19908—80.

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, ос. ч., или по ГОСТ 3118—77, перегнанная в кварцевом аппарате.

Метиловый красный индикатор 0,1 %-ный спиртовой раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

47г-95
38

gost.e-ecolog.ru

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.
Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.
Стронций азотнокислый по ГОСТ 5429—74.
Литий углекислый, ос. ч.
Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20298—74.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, дважды перегнанная.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление растворов для градуировки и контроля

3.1.1. *Приготовление 10 %-ного раствора стронция*

242,0 г азотнокислого стронция взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят объем раствора водой до 1 дм^3 и перемешивают.

3.1.2. *Приготовление раствора основы 1%-ного раствора лития*

106,5 г углекислого лития взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, помещают в стакан вместимостью 1 дм^3, приливают 200—300 см^3 воды, добавляют две-три капли индикатора и приливают соляную кислоту до кислой реакции. Охлажденный до комнатной температуры раствор переносят в мерную колбу вместимостью 2 дм^3, доводят раствор водой до метки и перемешивают.

3.1.3. В растворах основы и стронция определяют концентрацию натрия, калия и кальция.

Для этого фотометрируют одновременно растворы для градуировки и основу; по результатам фотометрирования строят градуировочные графики.

Концентрацию натрия, калия и кальция в основе определяют линейной интерполяцией.

Концентрация каждой определяемой примеси в растворе основы не должна превышать 0,0002 г/дм^3, в растворе стронция — 0,001 г/дм^3.

3.1.4. *Приготовление исходного раствора для градуировки*

0,0165 г хлористого натрия, 0,7627 г хлористого калия, 0,9987 г углекислого кальция и 106,5 г углекислого лития помещают в кварцевый стакан, смачивают водой и осторожно, по каплям, приливают соляную кислоту до полного растворения солей. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 2 дм^3, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Исходный раствор содержит 10 г лития и по 0,2 г натрия, калия и кальция в 1 дм^3.

3.1.5. *Приготовление растворов для градуировки*

В мерные колбы вместимостью 1 дм^3 помещают 1,5; 2,5; 5,0; 12,5; 25,0; 50,0; 100,0 см^3 исходного раствора и по 8 см^3 раствора

стронция, доводят объем раствора в колбах раствором лития (10 г/дм³) до метки и перемешивают.

Растворы для градуировки содержат натрия, калия и кальция (без учета содержания этих элементов в основе) по 0,0003; 0,0005; 0,0010; 0,0025; 0,0050; 0,0100; 0,0200 г/дм³. Содержание натрия, калия и кальция в растворах для градуировки корректируют с учетом содержания этих элементов в основе.

3.2. Подготовка спектрофотометра

Подготовку спектрофотометра к работе проводят по прилагаемой к прибору инструкции

3.3. Подготовка проб

Кусочки металлического лития, хранящегося в соответствии с ГОСТ 8774—75, извлекают пинцетом из банки, обезжиривают четыреххлористым углеродом, очищают ножом от окиси и на пластинке из органического стекла отрезают от каждого кусочка необходимое количество металла, чтобы общая масса его составила примерно 1 г.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску пробы лития массой 1,00 г растворяют в воде, налитой в кварцевый стакан вместимостью 200 см³, при этом каждый кусочек лития вносят в стакан после растворения предыдущего, добавляют 1—2 капли индикатора и по каплям приливают соляную кислоту до кислой реакции. Раствор пробы переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 0,8 см³ раствора стронция, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. При содержании в пробах натрия, калия и кальция более 0,5 % растворы проб разбавляют раствором основы в 10 раз. Если содержание алюминия в пробах менее 0,01 %, раствор стронция в пробы и растворы для градуировки можно не добавлять.

4.2. На подготовленном к работе спектрофотометре фотометрируют анализируемый раствор пробы и соответствующие по концентрации градуировочные растворы.

Фотометрирование растворов проводят по аналитическим линиям с длинами волн, указанными в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм
Натрий	589,0—589,6
Калий	766,5—769,9
Кальций	422,7

Растворы проб и растворы для градуировки фотометрируют три раза и за результат принимают среднее арифметическое значение трех измерений.

4.3. По результатам фотометрирования градуировочных растворов строят градуировочные графики, откладывая по оси абсцисс концентрацию определяемого элемента в г/дм^3, по оси ординат среднее арфиметическое значение трех измерений аналитического сигнала градуировочного раствора. По градуировочным графикам определяют концентрацию натрия, калия и кальция в пробе (C), г/дм^3.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю натрия, калия и кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = C \cdot 10.$$

5.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений (единичных определений) при выполнении условий пп. 2.5, 2.6 и 2.10 ГОСТ 8775.0 87.

5.3. Показатели точности

5.3.1. Показатели сходимости и воспроизводимости результатов определений — $S_r^{сх}$ и $S_r^в$ приведены в табл. 2.

Таблица 2

Определяемый элемент	Массовая доля элемента	$S_r^{сх}$	$S_r^в$
		не более	
Натрий	От 0,003 до 0,01 включ.	0,05	0,07
	Св. 0,01 » 0,05 »	0,02	0,05
	» 0,05 » 0,2 »	0,01	0,03
Калий	От 0,001 до 0,005 включ.	0,05	0,10
	Св. 0,005 » 0,02 »	0,05	0,06
Кальций	От 0,005 до 0,02 включ.	0,10	0,13
	Св. 0,02 » 0,05 »	0,04	0,07

5.3.2. Неисключенная систематическая погрешность (Θ) незначима по сравнению со случайной погрешностью.

5.3.3. Значение погрешности результата анализа (Δ) определяют по ГОСТ 8775.0 87.

5.4. Контроль точности анализа

Контроль точности анализа проводят по методу добавок в соответствии с ГОСТ 8775.0—87, используя в качестве добавок аликвотные части градуировочных растворов натрия, калия и кальция, приготовленных по п. 3.1.5. Градуировочный раствор определяемого элемента добавляют к навеске пробы до ее растворения.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.09.87 № 3764

2. Срок первой проверки 1991 г.
Периодичность проверки 5 лет

3. ВЗАМЕН ГОСТ 8775—75 (разд. 3)

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4234—77	2
ГОСТ 4530—76	2
ГОСТ 4919.1—77	2
ГОСТ 5429—74	2
ГОСТ 5457—75	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 8774—75	3.3
ГОСТ 8775.0—87	1.1; 5.2, 5.3.3; 5.4
ГОСТ 14261—77	2
ГОСТ 19908—80	2
ГОСТ 20298—74	2
ГОСТ 24104—80	2

gost.e-ecolog.ru