УДК 669.4 : 546.32.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ

Методы определения натрия и калия

Lead. Methods of sodium and potassium determination

ГОСТ 26880.2—86

Взамен
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-ацетилено-вое или бутан-пропанове 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.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

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±5)°С 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±5)°С 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/см³	Количество стандартного раствора с массовой концентрацией в мкг/см³, требуемое для приготовления градуировочных растворов натрия или калия, см³		
	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±0,100) г помещают в кварцевый, фторопластовый стакан или стакан из стеклоуглерода и очищают загрязненную часть поверхности промыванием в течение 30 с 10 см³ раствора HNO_3 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 стеклоуглерода 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 пробы 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

$$d=3{,}31\cdot S_{rск}\cdot \overline{X},$$

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

$$d=2{,}77\cdot S_{rв}\overline{X},$$

где $S_{rск}$ и $S_{rв}$ — относительное среднее квадратическое отклонение сходимости и воспроизводимости соответственно;

$\overline{X}$ — 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	От 0,0005 до 0,0200	0,04	0,05
Калий	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.)

Изменение № 2 ГОСТ 26880.2—86 Свинец. Методы определения натрия и калия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 17.07.91 № 1261

Дата введения 01.03.92

По всему тексту стандарта заменить слова: «градуировочные 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±0,100) на (2,000±±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

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

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

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

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

gost.e-ecolog.ru

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

(ИУС № 10 1991 г.)