ГОСТ 851.8—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Спектральный метод определения натрия и калия

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Госстандартом Украины

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 3 от 17 февраля 1993 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 20 февраля 1996 г. № 79 межгосударственный стандарт ГОСТ 851.8—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 851.8—87

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Группа В39

ГОСТ 851.8—93

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Спектральный метод определения натрия и калия

Primary magnesium. Spectral method for determination of sodium and potassium

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения натрия и калия в первичном магнии.

Метод позволяет определять массовые доли натрия и калия от 0,001 % до 0,02 % каждого.

Основан на возбуждении атомов натрия и калия в пламени или в высокочастотной индукционной плазме, измерении интенсивности аналитических сигналов и определении массовой доли элементов с помощью градуировочных характеристик.

1 Общие требования

1.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

1.2 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2 Аппаратура, реактивы и растворы

Пламенный спектрофотометр или фотометр, обеспечивающий выделение резонансных линий натрия и калия.

Плазменный атомно-эмиссионный спектрометр PS-4 фирмы «BAIRD», или аналогичные приборы.

Ацетилен — по ГОСТ 5457, очищенный серной кислотой.

Пропан-бутан — по ГОСТ 20448.

Природный газ.

Аргон — по ГОСТ 10157.

Вода дистиллированная — по ГОСТ 6709.

Кислота соляная — по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Натрий хлористый — по ГОСТ 4233.

Калий хлористый — по ГОСТ 4234.

Магний металлический марки Мг95 по НД с массовой долей натрия и калия менее 0,001 %.

Стандартные растворы натрия и калия:

Раствор А: 0,635 г хлористого натрия и 0,477 г хлористого калия, предварительно высушенных при температуре 378—388 К, растворяют в 50 $см^3$ воды, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Издание официальное

1 см³ раствора А содержит по 2,5 мг натрия и калия.

Раствор Б: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит по 0,0125 мг натрия и калия.

Раствор хлористого магния.

100 г магния помещают в кварцевый стакан вместимостью 2000 см³, доливают 50 см³ воды и осторожно, небольшими порциями добавляют раствор соляной кислоты до полного растворения магния (расходуется около 1600 см³ раствора соляной кислоты). Затем раствор выпаривают до получения влажных солей, образовавшийся осадок растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 2000 см³, доливают водой до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

1 см³ раствора содержит 0,05 г магния.

3 Проведение анализа

3.1 Навеску массой 2,5 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, доливают 10 см³ воды и осторожно, небольшими порциями добавляют 40 см³ раствора соляной кислоты. После полного растворения навески раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают, далее поступают, как указано в 3.3 и 3.4.

3.2 Для построения градуировочных графиков в восемь мерных колб вместимостью 100 см³ помещают по 50 см³ раствора магния. В семь колб из восьми приливают 2,0; 4,0; 6,0; 10,0; 20,0; 30,0; 40,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,001; 0,002; 0,003; 0,005; 0,010; 0,015 и 0,020 массовых долей натрия и калия в процентах. Все колбы доливают до метки водой и перемешивают. Раствор восьмой колбы служит раствором контрольного опыта.

3.3 Растворы, с помощью сжатого воздуха, в виде мелкой взвеси — аэрозоля подают в пламя горелки пламенного спектрофотометра и фотометрируют, вначале в порядке возрастания массовой доли натрия и калия, а затем в обратной последовательности, распыляя после каждого определения воду.

3.4 При выполнении анализа на плазменном спектрометре растворы в порядке, указанном в 3.3, подают в индукционную плазму с помощью аргона. Измеряют при следующих условиях возбуждения и регистрации спектров: выходная мощность высокочастотного генератора — (1,2—1,3) кВт; расход аргона, транспортирующего аэрозоль, — 0,7 дм³/мин; плазмообразующего — 12,0 дм³/мин; время интегрирования — 3 с; количество интеграций — 5; высота наблюдения — 16 мм над верхним краем плазменной горелки.

Длина волн аналитических линий, нм:

натрия — 589,59;

калия — 766,40.

3.5 По полученным из двух параллельных определений средним арифметическим значениям интенсивности спектральных линий для каждого раствора и соответствующим им массовым долям натрия и калия строят градуировочные графики.

Построение градуировочного графика производят перед каждым проведением анализа.

3.6 Допускается использование других аналитических линий, режимов возбуждения и регистрации спектров, а также изменение процедуры пробоподготовки по 3.1 с целью концентрирования пробы при условии получения метрологических характеристик, отвечающих требованиям настоящего стандарта.

4 Обработка результатов анализа

4.1 Массовую долю натрия (X_1) или калия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{1,2} = C_1 - C_2,$$

где C_1 — массовая доля натрия или калия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, %;

C_2 — массовая доля натрия или калия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, %.

4.2 Нормы точности результатов анализа

Расхождения между результатами параллельных определений (d_2) и результатами двух анализов, выполненных в различных условиях (D) не должны превышать (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1. При этом погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности 0,95) не превышает предела Δ, приведенного в таблице 1.

Таблица 1

Элемент	Массовая доля, %	Характеристика погрешности определений, %		
		d_2	D	Δ
Натрий Калий	От 0,001 до 0,002 включ. Св. 0,002 » 0,004 » » 0,004 » 0,008 » » 0,008 » 0,020 »	0,0004 0,0008 0,0010 0,0020	0,0006 0,0012 0,0015 0,0030	0,0005 0,0010 0,0012 0,0020

4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор А или Б.

Для контроля точности результатов анализа могут быть использованы государственные стандартные образцы в соответствии с ГОСТ 8.315.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	4.3	ГОСТ 10157—79	Раздел 2
ГОСТ 4233—77	Раздел 2	ГОСТ 14261—77	Раздел 2
ГОСТ 4234—77	Раздел 2	ГОСТ 20448—90	Раздел 2
ГОСТ 5457—75	Раздел 2	ГОСТ 25086—87	1.1; 4.3
ГОСТ 6709—72	Раздел 2		

gost.e-ecolog.ru