Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Пламенно-фотометрический метод определения примесей натрия, калия, кальция и стронция

Reagents. Flame-photometric method for determination of sodium, potassium, calcium and strontium as impurities

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

ГОСТ 26726—85
Взамен
ГОСТ 11190—76, ГОСТ 12092—96, ГОСТ 12533—76, ГОСТ 13543—76, ГОСТ 17058—76, ГОСТ 17550—76

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 декабря 1985 г. № 4262 дата введения установлена

01.01.87

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает пламенно-фотометрический метод определения массовой доли примесей натрия, калия, кальция и стронция с применением ограничивающих растворов (способ 1) и по градуировочному графику (способ 2).

Сущность метода заключается в сравнении интенсивности излучения резонансных линий элементов, образующихся в пламени газовоздушной смеси при введении в него растворов анализируемых реактивов и растворов сравнения.

Применяемый способ и дополнительные условия определения должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4805—84.

1. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1.1. Масса примеси натрия, калия, кальция и стронция в массе навески анализируемого реактива должна быть от 0,01 до 10,0 мг.

1.2. При взвешивании анализируемого реактива и реактивов, используемых для проведения анализа, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака.

1.3. Массовую долю калия и натрия определяют в пламени пропан—бутан—воздух, кальция и стронция — в пламени ацетилен—воздух.

1.4. При работе с монохроматором определение проводят с использованием спектральных линий (nm):

Na — 589,0; 589,6;
K — 766,5;
Ca — 422,7;
Sr — 460,7.

1.5. Нулевую линию прибора устанавливают по воде. Если величина аналитического сигнала для воды выше, чем точность измерения этого сигнала, величину аналитического сигнала для воды необходимо учитывать при измерении аналитического сигнала растворов сравнения и анализируемого раствора.

1.6. При проведении анализа необходимо соблюдать правила безопасности, установленные для работы с горючими газами.

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем, или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов, обеспечивающих аналогичную чувствительность и точность.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75; перед применением пропускают через 96%-ную серную кислоту или твердые поглотительные смеси на основе серной кислоты.

Пропан-бутан (бытовой в баллоне) или газ из городской сети.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная.

Растворы, содержащие натрий, калий, кальций и стронций, готовят по ГОСТ 4212—76.

Реактивы, не содержащие натрий, калий, кальций и стронций, или с минимальным их содержанием; готовят, как указано в нормативно-технической документации на реактив или в приложениях 1—6 к настоящему стандарту. Степень их чистоты определяют методом добавок. При наличии в используемых реактивах примесей определяемых элементов их учитывают при обработке результатов.

Все растворы и воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Приготовление растворов анализируемых реактивов, растворов сравнения и контрольного (или фонового) раствора для анализа соединений алюминия, бария, железа, кальция, магния и натрия указаны в обязательных приложениях 1—6. Для анализа других веществ, не перечисленных в обязательных приложениях, приготовление анализируемого раствора указывают в нормативно-технической документации на продукт, а приготовление растворов сравнения и контрольного раствора, если нет особых указаний в нормативно-технической документации, готовят в соответствии с таблицей.

Номер раствора сравнения	Концентрация элемента в растворе, приготовленном по ГОСТ 4212—76, мг/см^3	Объем раствора, приготовленного по ГОСТ 4212—76, см^3	Масса элемента, введенного в раствор сравнения, мг	Концентрация элемента в растворе сравнения, мг/см^3	Массовая доля примеси в растворе сравнения в пересчете на препарат при концентрации его 1 г/100 см^3, %
1	0,1	0,1	0,01	0,0001	0,001
2	0,1	0,5	0,05	0,0005	0,005
3	0,1	1,0	0,1	0,001	0,01
4	1,0	0,2	0,2	0,002	0,02
5	1,0	0,3	0,3	0,003	0,03
6	1,0	0,5	0,5	0,005	0,05
7	1,0	0,8	0,8	0,008	0,08
8	1,0	1,0	1,0	0,01	0,1
9	1,0	2,0	2,0	0,02	0,2
10	1,0	5,0	5,0	0,05	0,5
11	1,0	7,0	7,0	0,07	0,7
12	1,0	9,0	9,0	0,09	0,9
13	1,0	10,0	10,0	0,1	1,0

Затем объемы растворов сравнения доводят в мерной колбе до 100 см^3 и тщательно перемешивают.

В тех случаях, когда анализируемый реактив оказывает влияние на результат анализа, растворы сравнения готовят с добавкой самого реактива, не содержащего определяемых элементов или с минимальным их содержанием.

Одновременно в тех же условиях готовят контрольный раствор без введения в него определяемого элемента.

В случае, если массовая доля примеси в анализируемом реактиве превышает указанное в таблице максимальное значение массовой доли примеси, применяют более разбавленные анализируемые растворы, сохраняя указанную выше шкалу растворов сравнения.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определение массовой доли примесей по способу 1

Выбирают два раствора сравнения — один с большей, другой с меньшей концентрацией определяемого элемента по сравнению с анализируемым раствором.

Концентрация элемента во всех трех растворах должна быть одного порядка.

Растворы сравнения, анализируемый и контрольный растворы один за другим фотометрируют при одинаковых условиях и регистрируют величину сигнала, учитывая поправку на величину сигнала, полученного при фотометрировании контрольного раствора.

4.2. Определение массовой доли примесей по способу 2

Для анализа берут не менее двух навесок анализируемого реактива.

После подготовки прибора проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления всех растворов, а также анализируемого, контрольного (или фонового) растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовой доли примеси.

После этого проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с растворов с максимальным содержанием примесей, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании контрольного (или фонового) раствора. Каждое измерение проводят три раза и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора.

После каждого измерения распыляют воду.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. При определении массовой доли примесей по способу 1

Массовую долю примеси (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{100 \cdot V}{m} \cdot \frac{c_2 (A_3 - A_1) + c_1 (A_2 - A_3)}{A_2 - A_1},$$

где V — объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески анализируемого реактива, мг;

c_1 — концентрация элемента (меньшая) в растворе сравнения, мг/см^3;

c_2 — концентрация элемента (большая) в растворе сравнения, мг/см^3;

A_1 — результат измерения величины сигнала раствора сравнения с меньшей концентрацией элемента;

A_2 — результат измерения величины сигнала раствора сравнения с большей концентрацией элемента;

A_3 — результат измерения величины сигнала анализируемого раствора.

5.2. При определении массовой доли примесей по способу 2

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения интенсивности излучения, на оси абсцисс — массу определяемого элемента.

Массовую долю примеси (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m_2 \cdot 100 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса определяемой примеси натрия, калия, кальция и стронция в 100 см^3 анализируемого раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

m_2 — масса навески анализируемого реактива, г;

V — объем приготовленного анализируемого раствора, см^3.

5.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми относительно среднего результата определения вычисляемой массовой доли не должны превышать:

15 % — при определении калия, 5 % — при определении натрия в соединениях алюминия (см. приложение 1);

20 % — при определении натрия, калия, кальция и стронция в соединениях бария (см. приложение 2);

15 % — при определении натрия, калия и кальция в соединениях железа (см. приложение 3);

15 % — при определении натрия и калия в соединениях кальция (см. приложение 4);

20 % — при определении кальция в соединениях магния (см. приложение 5);

10 % — при определении калия в соединениях натрия (см. приложение 6).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

СОЕДИНЕНИЯ АЛЮМИНИЯ ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ПРИМЕСЕЙ НАТРИЯ И КАЛИЯ

1. Реактивы и растворы

Реактивы и растворы, указанные в разд. 2 настоящего стандарта, а также следующие растворы:

кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор 1 : 3;

калий хлористый 2-водный по ТУ 6—09—5077—87, х. ч., 1%-ный раствор, не содержащий натрия, или с минимальным его содержанием;

растворы, содержащие по 0,04 мг натрия и калия в 1 $см^3$ и 0,01 мг натрия в 1 $см^3$, готовят соответствующим разбавлением раствора, приготовленного по ГОСТ 4212—76.

2. Приготовление анализируемых растворов

2.1. Для определения массовой доли натрия и калия в азотнокислом, сернокислом, хлористом алюминии и алюмоаммонийных квасцах 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и растворяют в воде. Доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

2.2. Для определения массовой доли натрия и калия в гидрате окиси алюминия 1,00 г препарата растворяют при нагревании в 20 $см^3$ раствора серной кислоты, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

2.3. Для определения массовой доли натрия в алюмокалиевых квасцах 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3. Приготовление растворов сравнения

3.1. Для определения массовой доли натрия и калия в азотнокислом, сернокислом, хлористом алюминии, алюмоаммонийных квасцах и гидроокиси алюминия в шесть мерных колб вместимостью 200 $см^3$ каждая помещают по 20 $см^3$ воды и раствор, содержащий натрий и калий, в объемах, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Номер раствора сравнения	Объем раствора концентрации по 0,04 мг/$см^3$ Na и K, $см^3$	Масса каждого элемента (Na, K), введенного в раствор сравнения, мг	Концентрация элемента в растворе сравнения, мг/$см^3$	Массовая доля каждой примеси в растворе сравнения в пересчете на препарат при концентрации его 1 г/500 $см^3$, %
1	1,0	0,04	0,0002	0,010
2	2,5	0,10	0,0005	0,025
3	5,0	0,20	0,001	0,050
4	10,0	0,40	0,002	0,100
5	15,0	0,60	0,003	0,150
6	25,0	2,00	0,01	0,250

Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.2. Для определения массовой доли натрия в алюмокалиевых квасцах в пять мерных колб вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают по 20 $см^3$ воды и раствор, содержащий натрий в объемах, указанных в табл. 2.

В шестую колбу помещают 1,5 $см^3$ раствора хлористого калия, не содержащего натрия (фоновый раствор). Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора до метки и снова тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора концентрации по 0,01 мг/см³ Na, см³	Масса элемента (Na), введенного в раствор сравнения, мг	Концентрация элемента в растворе сравнения, мг/см³	Массовая доля примеси в растворе сравнения в пересчете на препарат при концентрации его 1 г/200 см³, %
1	2	0,02	0,0002	0,004
2	4	0,04	0,0004	0,008
3	6	0,06	0,0006	0,012
4	8	0,08	0,0008	0,016
5	10	0,10	0,0010	0,020

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

СОЕДИНЕНИЯ БАРИЯ
ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ПРИМЕСЕЙ НАТРИЯ, КАЛИЯ, КАЛЬЦИЯ И СТРОНЦИЯ

1. Реактивы и растворы

Реактивы и растворы, указанные в разд. 2 настоящего стандарта, а также следующие растворы:

барий азотнокислый по ГОСТ 3777—76, х. ч., 5%-ный раствор, не содержащий примесей натрия, калия, кальция, стронция или с минимальным их содержанием;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., 25%-ный раствор;

раствор, содержащий по 0,01 мг натрия и калия и по 0,02 мг кальция и стронция в 1 см³, а также раствор, содержащий по 0,01 мг натрия и калия в 1 см³, готовят соответствующим разбавлением растворов, приготовленных по ГОСТ 4212—76.

2. Приготовление анализируемых растворов

2.1. Для определения массовой доли примесей натрия, калия, кальция и стронция в азотнокислом и хлористом барии 1,00 г препарата растворяют в воде, помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

2.2. Для определения массовой доли примесей натрия, калия, кальция и стронция в углекислом барии и перекиси бария 1,00 г препарата помещают в коническую кварцевую колбу и растворяют в 30 см³ воды и 3 см³ раствора азотной кислоты при слабом нагревании. Затем раствор переносят количественно в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают.

2.3. Для определения массовой доли примесей натрия и калия в гидроокиси бария 1,00 г препарата помещают в коническую кварцевую колбу, растворяют при слабом нагревании в 50 см³ воды, добавляют небольшими порциями раствор азотной кислоты до нейтральной реакции (по индикаторной бумаге) и охлаждают. Раствор переносят количественно в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3. Приготовление растворов сравнения

3.1. Для определения массовой доли примесей натрия, калия, кальция и стронция в азотнокислом барии в восемь мерных колб вместимостью 100 см³ каждая помещают по 25 см³ воды, по 10 см³ раствора азотнокислого бария, не содержащего примесей натрия, калия, кальция, стронция или с минимальным их содержанием. Затем в семь колб вводят раствор, содержащий натрий, калий, кальций и стронций, в объемах, указанных в таблице.

Номер раствора сравнения	Объем раствора концентрации по 0,01 мг/см³ Na и K и по 0,02 мг/см³ Ca и Sr, см³	Масса каждого элемента (Na, K, Ca, Sr), введенного в раствор сравнения, мг		Концентрация элемента в растворе сравнения, мг/см³		Массовая доля каждой примеси в растворе сравнения в пересчете на препарат при концентрации его 0,5 г/200 см³, %	
		Na, K	Ca, Sr	Na, K	Ca, Sr	Na, K	Ca, Sr
1	0,5	0,005	0,01	0,00005	0,0001	0,001	0,002
2	1	0,01	0,02	0,0001	0,0002	0,002	0,004
3	2	0,02	0,04	0,0002	0,0004	0,004	0,008
4	3	0,03	0,06	0,0003	0,0006	0,006	0,012
5	4	0,04	0,08	0,0004	0,0008	0,008	0,016
6	5	0,05	0,10	0,0005	0,001	0,010	0,020
7	10	0,10	0,20	0,001	0,002	0,020	0,040

В восьмой колбе — контрольный раствор без определяемых элементов. Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.2. Для определения массовой доли натрия, калия, кальция и стронция в хлористом барии, углекислом барии и перекиси бария растворы сравнения и контрольный раствор готовят по п. 3.1. При этом в растворы вводят раствор азотнокислого бария, не содержащего определяемых примесей или с минимальным их содержанием, в следующих объемах:

13,4 см³ — для углекислого бария;

15,2 см³ — для перекиси бария;

12,5 см³ — для хлористого бария.

Кроме того, для хлористого бария вводят 0,6 см³ раствора соляной кислоты.

3.3. Для определения массовой доли примесей натрия и калия в гидрате окиси бария в восемь мерных колб вместимостью 100 см³ каждая помещают по 25 см³ воды, по 8,4 см³ раствора азотнокислого бария, не содержащего определяемых примесей или с минимальным их содержанием. Затем в восемь колб вводят раствор, содержащий натрий и калий, в соответствии с таблицей.

В восьмой колбе — контрольный раствор без определяемых элементов.

Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.4. При определении массовой доли примесей кальция и стронция в гидрате окиси бария растворы сравнения и контрольный раствор готовят как указано в п. 3.3. При этом вместо раствора, содержащего натрий и калий, вводят раствор, содержащий натрий, калий, кальций и стронций.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Обязательное

СОЕДИНЕНИЯ ЖЕЛЕЗА ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ПРИМЕСЕЙ НАТРИЯ, КАЛИЯ И КАЛЬЦИЯ

1. Реактивы и растворы

Реактивы и растворы, указанные в разд. 2 настоящего стандарта, а также следующие:

водорода перекись по ГОСТ 10929—76, х. ч.;

железо карбонильное особой чистоты;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75, х. ч., ледяная, разбавленная 2 : 5;

кислота серная по ГОСТ 4204—77 концентрированная и раствор 1 : 1;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77 концентрированная и раствор 2 : 3;

8-оксихинолин, 20%-ный раствор в растворе уксусной кислоты, проверенный на содержание натрия, калия и кальция; при необходимости проводят очистку сублимацией;

раствор, содержащий 0,1 мг натрия, калия, кальция в 1 см³, готовят соответствующим разбавлением раствора, приготовленного по ГОСТ 4212—76.

2. Приготовление анализируемых растворов

2.1. Для определения массовой доли примесей натрия, калия и кальция в азотнокислом и хлорном железе и железоаммонийных квасцах 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, растворяют в воде, прибавляют 6 см^3 раствора соляной кислоты, раствор 8-оксихинолина (8 см^3 — для азотнокислого железа и железоаммонийных квасцов, 12 см^3 — для хлорного железа) и перемешивают. Объем раствора доводят водой до метки и снова тщательно перемешивают.

2.2. При определении примесей в соли Мора, окисном сернокислом и закисном сернокислом железе 1,00 г препарата помещают в кварцевый стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 30 см^3 воды и 0,3 см^3 раствора серной кислоты (окисное сернокислое железо растворяют при слабом нагревании).

Раствор переносят количественно в мерную колбу вместимостью 200 см^3, прибавляют 6 см^3 раствора соляной кислоты, 12 см^3 раствора 8-оксихинолина и перемешивают. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

2.3. При определении примесей в двухлористом железе 1,00 г препарата помещают в кварцевый стакан и растворяют в 30 см^3 воды и 0,3 см^3 раствора соляной кислоты при слабом нагревании.

Раствор охлаждают, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 200 см^3, прибавляют 6 см^3 раствора соляной кислоты, 6 см^3 раствора 8-оксихинолина и перемешивают. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

2.4. При определении примесей только натрия и калия в соединениях железа 8-оксихинолин в анализируемые растворы не вводят.

3. Приготовление растворов сравнения

3.1. Для определения примесей в железоаммонийных квасцах и азотнокислом железе в девять мерных колб вместимостью 200 см^3 каждая помещают по 25 см^3 воды, 6 см^3 раствора соляной кислоты, 8 см^3 раствора 8-оксихинолина. Затем в восемь колб вводят раствор, содержащий натрий, калий и кальций, в объемах, указанных в таблице.

Номер раствора сравнения	Объем раствора концентрации по 0,1 мг/см^3 Na, K, Ca, см^3	Масса каждого элемента (Na, K, Ca), введенного в раствор сравнения, мг	Концентрация элемента в растворе сравнения, мг/см^3	Массовая доля каждой примеси в растворе сравнения в пересчете на препарат при концентрации его 1 г/200 см^3, %
1	0,4	0,04	0,0002	0,004
2	0,8	0,08	0,0004	0,008
3	1,2	0,12	0,0006	0,012
4	1,6	0,16	0,0008	0,016
5	2,0	0,20	0,001	0,020
6	4,0	0,40	0,002	0,040
7	6,0	0,60	0,003	0,060
8	8,0	0,80	0,004	0,080

В девятой колбе — контрольный раствор без введения определяемых элементов.

Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.2. При определении примесей в окисном сернокислом и хлорном железе и соли Мора растворы сравнения готовят, как указано в п. 3.1, при этом в растворы сравнения вводят по 12 см^3 раствора 8-оксихинолина, а при определении массовой доли указанных примесей в двухлористом железе — 6 см^3 раствора 8-оксихинолина.

3.3. При определении массовой доли примеси только натрия и калия в соединениях железа 8-оксихинолин в растворы не вводят.

3.4. При определении кальция допускается готовить растворы сравнения с применением карбонильного железа особой чистоты. При этом массу навески карбонильного железа рассчитывают в соответствии с массовой долей железа в анализируемом реактиве и растворяют при нагревании в 2 см^3 серной или соляной концентрированной кислоты (в зависимости от анализируемого препарата), в присутствии 0,5 см^3 перекиси водорода. Анализируемые растворы готовят по п. 2.1 с введением 0,5 см^3 перекиси водорода при нагревании без добавления раствора 8-оксихинолина.

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
Обязательное

СОЕДИНЕНИЯ КАЛЬЦИЯ ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ПРИМЕСЕЙ НАТРИЯ И КАЛИЯ

1. Реактивы и растворы

Реактивы и растворы, указанные в разд. 2 настоящего стандарта, а также следующие растворы:

алюминий азотнокислый по ГОСТ 3757—75, х. ч., 10%-ный раствор, не содержащий натрий и калий или с минимальным их содержанием;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 25%-ный раствор;

раствор, содержащий по 0,02 мг натрия и калия в 1 $см^3$, готовят соответствующим разбавлением раствора, приготовленного по ГОСТ 4212—76.

2. Приготовление анализируемых растворов

2.1. Для определения массовой доли примесей натрия и калия в азотнокислом, гранулированном хлористом, кристаллическом хлористом и плавленном хлористом кальции 0,50 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в воде, прибавляют 50 $см^3$ раствора азотнокислого алюминия, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

2.2. Для определения массовой доли примесей натрия и калия в сернокислом и углекислом кальции 0,50 г препарата помещают в коническую кварцевую колбу и при кипячении растворяют в 100 $см^3$ воды и 1,5 $см^3$ раствора соляной кислоты. Затем раствор охлаждают, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, прибавляют 50 $см^3$ раствора азотнокислого алюминия, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

2.3. При работе на приборе ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 азотнокислый алюминий в анализируемый раствор не прибавляют.

3. Приготовление фонового раствора

В колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 20 $см^3$ воды, прибавляют 10 $см^3$ раствора азотнокислого алюминия, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

При анализе сернокислого кальция в фоновый раствор прибавляют 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты.

4. Приготовление растворов сравнения

Для приготовления растворов сравнения в семь мерных колб вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают по 20 $см^3$ воды и раствор, содержащий натрий и калий, в объемах, указанных в таблице.

Номер раствора сравнения	Объем раствора концентрации по 0,02 мг/$см^3$ Na и K, $см^3$	Масса каждого элемента (Na, K), введенного в раствор сравнения, мг	Концентрация элемента в растворе сравнения, мг/$см^3$	Массовая доля каждой примеси в растворе сравнения в пересчете на препарат при концентрации его 0,5 г/200 $см^3$, %
1	0,5	0,01	0,0001	0,01
2	1	0,02	0,0002	0,02
3	2	0,04	0,0004	0,04
4	4	0,08	0,0008	0,08
5	6	0,12	0,0012	0,12
6	8	0,16	0,0016	0,16
7	10	0,20	0,0020	0,20

Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают.

ПРИЛОЖЕНИЕ 5
Обязательное

СОЕДИНЕНИЯ МАГНИЯ ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ПРИМЕСИ КАЛЬЦИЯ

1. Реактивы и растворы

Реактивы и растворы, указанные в разд. 2 настоящего стандарта, а также следующие:
кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., раствор 1 : 3;
магний сернокислый по ГОСТ 4523—77, х. ч., 20%-ный раствор;
магний хлористый по ГОСТ 4209—77, х. ч., 20%-ный раствор;
раствор, содержащий 0,1 мг Ca в 1 $см^3$, готовят соответствующим разбавлением раствора, приготовленного по ГОСТ 4212—76.

2. Приготовление анализируемых растворов

2.1. Для определения массовой доли примеси кальция в окиси магния 1,00 г препарата растворяют при нагревании в эквивалентном количестве раствора соляной кислоты до слабокислой реакции (по универсальной индикаторной бумаге), переносят количественно в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

2.2. Для определения массовой доли примеси кальция в сернокислом магнии 4,00 г препарата растворяют в воде, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

2.3. Для определения массовой доли примеси кальция в хлористом магнии 5,00 г препарата растворяют в воде, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

2.4. Для определения массовой доли примеси кальция в основном углекислом магнии 0,20 г препарата растворяют при нагревании в эквивалентном количестве раствора соляной кислоты до слабокислой реакции (по универсальной индикаторной бумаге), переносят количественно в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

2.5. Для определения массовой доли примеси кальция в азотнокислом магнии 3,00 г препарата растворяют в воде, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3. Приготовление растворов сравнения

3.1. Для определения массовой доли примеси кальция в окиси магния в шесть мерных колб вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают по 25 $см^3$ раствора хлористого магния. Затем в пять колб вводят раствор, содержащий кальций, в объемах, указанных в табл. 1.

В шестой колбе — контрольный раствор без введения определяемых элементов.

Таблица 1

Номер раствора сравнения	Объем раствора концентрации 0,1 мг/$см^3$ Ca, $см^3$	Масса элемента, введенного в раствор сравнения, мг	Концентрация элемента в растворе сравнения, мг/$см^3$	Массовая доля примеси в растворе сравнения в пересчете на препарат при концентрации его 1 г/100 $см^3$, %
1	1	0,1	0,001	0,01
2	2	0,2	0,002	0,02
3	3	0,3	0,003	0,03
4	4	0,4	0,004	0,04
5	5	0,6	0,006	0,06

Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.2. Для определения массовой доли примеси кальция в хлористом магнии в семь мерных колб вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают по 25 $см^3$ раствора хлористого магния.

Затем в шесть колб вводят раствор, содержащий кальций, в объемах, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора концентрации 0,1 мг/см³ Ca, см³	Масса элемента, введенного в раствор сравнения, мг	Концентрация элемента в растворе сравнения, мг/см³	Массовая доля примеси в растворе сравнения в пересчете на препарат при концентрации его 5 г/100 см³, %
1	1	0,1	0,001	0,002
2	2	0,2	0,002	0,004
3	4	0,4	0,004	0,008
4	6	0,6	0,006	0,012
5	10	1,0	0,01	0,020
6	25	2,5	0,025	0,050

В седьмой колбе — контрольный раствор без введения определяемых элементов.

Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова перемешивают.

3.3. Для определения массовой доли примеси кальция в сернокислом магнии в пять мерных колб вместимостью 100 см³ каждая помещают по 20 см³ раствора сернокислого магния. Затем в четыре колбы вводят раствор, содержащий кальций, в объемах, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Объем раствора концентрации 0,1 мг/см³ Ca, см³	Масса элемента, введенного в раствор сравнения, мг	Концентрация элемента в растворе сравнения, мг/см³	Массовая доля примеси в растворе сравнения в пересчете на препарат при концентрации его 4 г/100 см³, %
1	2	0,2	0,002	0,005
2	4	0,4	0,004	0,010
3	8	0,8	0,008	0,020
4	20	2,0	0,020	0,050

В пятой колбе — контрольный раствор без введения определяемых элементов.

Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.4. Для определения массовой доли примеси кальция в основном углекислом магнии в пять мерных колб вместимостью 100 см³ каждая помещают по 1,0 см³ раствора хлористого магния. Затем в четыре колбы вводят раствор, содержащий кальций, в объемах, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Номер раствора сравнения	Объем раствора концентрации 0,1 мг/см³ Ca, см³	Масса элемента, введенного в раствор сравнения, мг	Концентрация элемента в растворе сравнения, мг/см³	Массовая доля примеси в растворе сравнения в пересчете на препарат при концентрации его 0,2 г/200 см³, %
1	0,5	0,05	0,0005	0,05
2	1,0	0,10	0,0010	0,10
3	2,0	0,20	0,0020	0,20
4	3,0	0,30	0,0030	0,30

В пятой колбе — контрольный раствор без введения определяемых элементов.

Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.5. Для определения массовой доли примеси кальция в азотнокислом магнии в четыре мерные колбы вместимостью 500 см³ каждая помещают объемы раствора, содержащего кальций, указанные в табл. 5.

Таблица 5

Номер раствора сравнения	Объем раствора концентрации 0,1 мг/см³ Ca, см³	Масса элемента, введенного в раствор сравнения, мг	Концентрация элемента в растворе сравнения, мг/см³	Массовая доля примеси в растворе сравнения в пересчете на препарат при концентрации его 3 г/500 см³, %
1	3	0,3	0,0006	0,01
2	6	0,6	0,0012	0,02
3	12	1,2	0,0024	0,04
4	15	1,5	0,003	0,05

Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают.

В качестве поправки используют показания, полученные при фотометрировании контрольного раствора. При анализе азотнокислого магния в качестве поправки учитывают показания, полученные при фотометрировании воды.

ПРИЛОЖЕНИЕ 6
Обязательное

СОЕДИНЕНИЯ НАТРИЯ ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ПРИМЕСИ КАЛИЯ

1. Реактивы и растворы

Реактивы и растворы, указанные в разд. 2 настоящего стандарта, а также следующие растворы:

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор (1 : 4);

натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—79, 10%-ный раствор, не содержащий калий или с минимальным его содержанием;

натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 4172—76, 10%-ный раствор, не содержащий калий или с минимальным его содержанием;

натрий хлористый особой чистоты, 10%-ный раствор, не содержащий калий или с минимальным его содержанием;

раствор, содержащий 0,02 мг калия в 1 см³, готовят соответствующим разбавлением раствора, приготовленного по ГОСТ 4212—76.

2. Приготовление анализируемых растворов

2.1. Для определения массовой доли примеси калия в двууглекислом, кристаллическом углекислом и безводном углекислом натрии 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 30 см³ воды, осторожно прибавляют при перемешивании 2,5 см³ раствора соляной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают.

2.2. Для определения массовой доли калия в азотистокислом, азотнокислом и хлористом натрии 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 30 см³ воды, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

2.3. Для определения массовой доли примеси калия в двузамещенном фосфорнокислом натрии 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в воде при слабом нагревании, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3. Приготовление растворов сравнения

3.1. Для определения массовой доли примеси калия в двууглекислом, кристаллическом углекислом, безводном углекислом и хлористом натрии в девять мерных колб вместимостью 100 см³ каждая помещают раствор

хлористого натрия особой чистоты, не содержащий калия, в объемах, эквивалентных содержанию натрия в анализируемом растворе:

7,0 см³ — для углекислого натрия;

4,1 см³ — для кристаллического углекислого натрия;

11,0 см³ — для безводного углекислого натрия;

10,0 см³ — для хлористого натрия.

Затем в восемь колб вводят раствор, содержащий калий, в объемах, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Номер раствора сравнения	Объем раствора концентрации 0,02 мг/см³ К, см³	Масса элемента, введенного в раствор сравнения, мг	Концентрация элемента в растворе сравнения, мг/см³	Массовая доля примеси в растворе сравнения в пересчете на препарат при концентрации его 1 г/100 см³, %
1	0,5	0,1	0,0001	0,001
2	1	0,02	0,0002	0,002
3	2	0,04	0,0004	0,004
4	3	0,06	0,0006	0,006
5	4	0,08	0,0008	0,008
6	6	0,12	0,0012	0,012
7	8	0,16	0,0016	0,016
8	10	0,20	0,0020	0,020

В девятой колбе — контрольный раствор без определяемых элементов.

Затем содержимое колб перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.2. Для определения массовой доли примеси калия в азотнокислом и азотистокислом натрии растворы сравнения и контрольный раствор готовят, как указано в п. 3.1, при этом в качестве фона в каждый раствор вводят раствор азотнокислого натрия, не содержащего калия:

10 см³ — для азотнокислого натрия;

12,2 см³ — для азотистокислого натрия.

3.3. Для определения массовой доли примеси калия в двузамещенном фосфорнокислом натрии в шесть мерных колб вместимостью100 см³ каждая помещают по 20 см³ воды и по 10 см³ раствора фосфорнокислого двузамещенного натрия, не содержащего калия. Затем в пять колб вводят раствор, содержащий калий, в объемах, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора концентрации 0,02 мг/см³ К, см³	Масса элемента, введенного в раствор сравнения, мг	Концентрация элемента в растворе сравнения, мг/см³	Массовая доля примеси в растворе сравнения в пересчете на препарат при концентрации его 1 г/100 см³, %
1	0,5	0,01	0,0001	0,001
2	1,0	0,02	0,0002	0,002
3	2,0	0,04	0,0004	0,004
4	3,0	0,06	0,0006	0,006
5	4,0	0,08	0,0008	0,008

В шестой колбе — контрольный раствор без определяемых элементов.

Затем содержимое колб перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают.

Растворы сравнения 1, 2, 3 готовят перед применением из более концентрированных растворов.

gost.e-ecolog.ru