МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

СВИНЕЦ (II) УКСУСНОКИСЛЫЙ 3-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547-41:006.354 Группа Л52

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

СВИНЕЦ (II) УКСУСНОКИСЛЫЙ 3-ВОДНЫЙ

Технические условия

Reagents. Lead (II) acetate trihydrate. Specifications

ГОСТ 1027—67

Взамен ГОСТ 1027—51

ОКП 26 3421 1640 03

Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР 30.11.67. Дата введения установлена

01.07.68

Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 07.05.92 № 464

Настоящий стандарт распространяется на 3-водный уксуснокислый свинец (II), который представляет собой бесцветные кристаллы, в массе — белого цвета. Легко растворим в воде, гигроскопичен.

Формула: $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 379,33.

Допускается изготовление 3-водного уксуснокислого свинца (II) по ИСО 6353-3—87 (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353-1—82 (приложение 2).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. 3-водный уксуснокислый свинец должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.1. По физико-химическим показателям 3-водный уксуснокислый свинец должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 3421 1643 00	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3421 1642 01	Чистый (ч.) ОКП 26 3421 1641 02
1. Массовая доля 3-водного уксуснокислого свинца (II) $[Pb(CH_3COO)_2 \times 3H_2O]$, %, не менее	99,5	99,5	98,0
2. Массовая доля не растворимых в воде веществ, %, не более	0,0025	0,0050	0,0100
3. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,00025	0,00050	0,00100
4. Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более	0,002	0,002	0,005

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Издание (май 2002 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в мае 1978 г., мае 1992 г. (ИУС 7—78, 8—92).

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 3421 1643 00	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3421 1642 01	Чистый (ч.) ОКП 26 3421 1641 02
5. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,00025	0,00050	0,00100
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0010	0,0020
7. Массовая доля суммы калия, натрия, кальция и стронция (K+Na+Ca+Sr), %, не более	0,010	0,010	0,025

1.1а, 1.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

1а. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

1а.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

Разд. 1а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

2. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

2.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 240 г.

2.2. Определение массовой доли 3-водного уксуснокислого свинца (II)

Определение проводят по ГОСТ 10398—76. При этом около 0,5000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, растворяют в 100 $см^3$ воды и далее определение проводят по ГОСТ 10398—76.

Масса 3-водного уксуснокислого свинца (II), соответствующая 1 $см^3$ раствора трилона Б концентрации точно *c* (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ (0,05 М) — 0,01897 г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,5 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.2.1—2.2.3. **(Исключены, Изм. № 2).**

2.3. Определение массовой доли не растворимых в воде веществ

2.3.1. *Реактивы и посуда:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор с массовой долей 30 %;

стакан В(Н)-1—400 по ГОСТ 25336—82;

пипетка градуированная вместимостью 5 $см^3$;

тигель типа ТФ с фильтром класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1—500—2 по ГОСТ 1770—74.

2.3.2. *Проведение анализа*

40,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 300 $см^3$ воды, подкисленной 2,5 $см^3$ раствора уксусной кислоты, и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до

четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды, подкисленной 0,2 см³ раствора уксусной кислоты, и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата химически чистый — 1 мг,

для препарата чистый для анализа — 2 мг,

для препарата чистый — 4 мг.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30 % для препарата «химически чистый», ±20 % для препарата «чистый для анализа» и ±15 % для препарата «чистый» при доверительной вероятности $P = 0,95$.

2.4. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74 фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом.

При этом 4,00 г препарата помещают в мерную (при определении фототурбидиметрическим методом) или коническую колбу вместимостью 100 см³ с меткой на 40 см³ (при определении визуально-нефелометрическим методом), растворяют в 30 см³ воды, содержащей 4 см³ раствора азотной кислоты, и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Далее определение проводят по ГОСТ 10671.7—74 без добавления раствора азотной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:

для препарата химически чистый — 0,010 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,020 мг,

для препарата чистый — 0,040 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

2.5. Определение массовой доли нитратов

Определение проводят по ГОСТ 10671.2—74 (методом с применением индигокармина. При этом 10,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 60 см³ воды и осторожно по стенкам колбы прибавляют 2 см³ концентрированной серной кислоты. Объем доводят водой до метки, хорошо перемешивают и выдерживают до полного осветления жидкости (20 мин). Из прозрачного раствора отбирают пипеткой 10 см³ раствора для препарата химически чистый и чистый для анализа (соответствуют 1,0 г препарата) или 5 см³ раствора для препарата чистый (соответствуют 0,50 г препарата) и помещают в коническую колбу.

Для препарата чистый добавляют 5 см³ воды. Далее определение проводят по ГОСТ 10671.2—74.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет слабее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,020 мг NO_3,

для препарата чистый для анализа— 0,020 мг NO_3,

для препарата чистый— 0,025 мг NO_3,

1 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина и 12 см³ концентрированной серной кислоты.

2.6. Определение массовой доли меди

Определение проводят по ГОСТ 10554—74 методом с применением диэтилдитиокарбамата свинца. При этом 1,00 г препарата растворяют в 25 см³ воды и далее определение проводят по ГОСТ 10554—74 фотометрически или визуально-колориметрически, используя вместо раствора серной кислоты раствор уксусной кислоты (ГОСТ 61—75).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса меди не будет превышать:

для препарата химически чистый — 0,0025 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,0050 мг,

для препарата чистый — 0,0100 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли меди анализ проводят фотометрически.

2.7. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75 1,10-фенантролиновым методом. При этом 2,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 20 $см^3$ воды, подкисленной 1 $см^3$ раствора уксусной кислоты, прибавляют 10 $см^3$ раствора 1,10-фенантролина и далее определение проводят по ГОСТ 10555—75.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата химически чистый — 0,010 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,020 мг,

для препарата чистый — 0,040 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

2.1—2.7. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.8. Определение массовой доли суммы калия, натрия, кальция и стронция

2.8.1. *Приборы, реактивы и растворы:*

спектрограф ИСП-51 с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1 или монохроматор УМ-2;

фотоумножители ФЭУ-38 или ФЭУ-17 (для определения натрия, кальция и стронция) и ФЭУ-32 (для определения калия);

горелка;

распылитель;

колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74;

пипетка градуированная вместимостью 25 $см^3$;

стакан В(Н)-1—50 по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1(3)—25(50)—2 по ГОСТ 1770—74;

ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75 (для определения кальция и стронция);

пропан-бутан (бытовой в баллоне) для определения калия и натрия;

воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов;

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

кислота уксусная по ГОСТ 61—75, х. ч., разбавленная 1:4;

растворы, содержащие Na, K, Ca и Sr, готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением и смещением получают раствор массовой концентрации Na, K, Ca, Sr по 0,01 мг/$см^3$ — раствор А;

свинца (II) окись для спектрального анализа, х. ч., по ТУ 6—09—879—76.

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

2.8, 2.8.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

2.8.2. *Подготовка к анализу*

2.8.2.1. *Приготовление анализируемого раствора*

1,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.8.2.2. Приготовление растворов сравнения

В пять стаканов помещают по 0,59 г окиси свинца (II), растворяют в 15 $см^3$ раствора уксусной кислоты, растворы переносят в мерные колбы и вводят указанные в табл. 2 объемы раствора А.

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

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, $см^3$	Масса примеси в 100 $см^3$ раствора сравнения, мг				Массовая доля примеси в пересчете на препарат, %			
		Na	K	Ca	Sr	Na	K	Ca	Sr
1	0	—	—	—	—	—	—	—	—
2	2	0,02	0,02	0,02	0,02	0,002	0,002	0,002	0,002
3	6	0,06	0,06	0,06	0,06	0,006	0,006	0,006	0,006
4	10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,010	0,010	0,010	0,010
5	15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,015	0,015	0,015	0,015

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.8.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий Na 589,0—589,6 нм и K 766,5 нм, возникающих в спектре пламени пропан-бутан-воздух, линий Ca 422,7 нм и Sr 460,7 нм, возникающих в спектре пламени ацетилен—воздух, при введении анализируемых растворов и растворов сравнения.

После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания содержания примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примесей, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения, и вычисляют среднеарифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора.

После каждого измерения распыляют воду.

2.8.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излучения на оси ординат, массовую долю каждой примеси в процентах в пересчете на препарат — на оси абсцисс.

Массовую долю каждой примеси в процентах находят по графику.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

3.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид и тип тары: 2-1, 2-2, 2-4, 2-9, 11-1 и 11-6 (вложенные в картонные навивные барабаны — по согласованию с потребителем).

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII до 40 кг.

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс опасности 6, подкласс 6.1, черт. 6б, классификационный шифр 6163) и серийный номер ООН 1616.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

3.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

3.2, 3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

4.1. Изготовитель гарантирует соответствие 3-водного уксуснокислого свинца (II) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

4.2. Гарантийный срок хранения препарата — 2 года со дня изготовления для тары вида и типа 2-1, 2-2, 2-4, 2-9, один год — для вида и типа 11-1 и 11-6.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. Уксуснокислый свинец ядовит, предельно допускаемая концентрация его в воздухе рабочей зоны 0,01 мг/м^3 в пересчете на свинец. При увеличении концентрации может вызывать острые и хронические отравления с поражением жизненно важных органов и систем.

5.2. При работе с препаратом необходимо пользоваться противопылевыми респираторами, резиновыми перчатками и защитными очками, а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускать попадания препарата внутрь организма.

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

5.3. Должна быть обеспечена максимальная герметизация технологического оборудования.

5.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

В местах наибольшего пыления предусмотреть местные отсосы.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.5. При проведении анализа препарата с использованием горючего газа следует соблюдать правила противопожарной безопасности.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ИСО 6353-3—87 «РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. ЧАСТЬ 3. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ. ВТОРАЯ СЕРИЯ»

Р.71 Свинец (II) уксуснокислый 3-водный $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$
Относительная молекулярная масса 379,33

Р.71.1. Технические требования

Массовая доля 3-водного уксуснокислого свинца (II) $[Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O]$, %, не менее 99,5
Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более 0,0005
Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более 0,002
Массовая доля кальция (Ca), %, не более 0,005
Массовая доля меди (Cu), %, не более 0,001
Массовая доля железа (Fe), %, не более 0,001
Массовая доля калия (K), %, не более 0,005
Массовая доля натрия (Na), %, не более 0,005

Р.71.2. Приготовление испытуемого раствора

20 г препарата растворяют в воде, подкисленной 0,2 $см^3$ ледяной уксусной кислоты и не содержащей двуокиси углерода, и разбавляют до 200 $см^3$ такой же водой (раствор должен быть прозрачным и бесцветным).

Р.71.3. Методы анализа

Р.71.3.1. *Определение массовой доли 3-водного уксуснокислого свинца (II)*

Около 0,6000 г препарата растворяют в 100 $см^3$ воды. К полученному раствору добавляют 20 $см^3$ раствора тартрата калия-натрия с массовой долей 28,2 %, 0,05 г эриохрома черного Т (смесь), 2 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 25 % и титруют раствором динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты концентрации *c* (ди-Na-ЭДТА) = 0,1 моль/$дм^3$ до голубой окраски при 40 °С.

1,00 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации *c* (ди-Na-ЭДТА) = 0,1 моль/$дм^3$ соответствует 0,037933 г $(CH_3COO)_2Pb \cdot 3H_2O$.

Смесь готовят следующим образом: 1 г эриохрома черного Т растирают со 100 г хлористого натрия в мелкий порошок.

Р.71.3.2. *Определение массовой доли хлоридов*

10 $см^3$ испытуемого раствора (Р.71.2) анализируют в соответствии с ОМ 2*.

Готовят контрольный раствор, используя 5 $см^3$ хлоридного раствора сравнения II (5 $см^3$ = 0,0005 % Cl).

Хлоридный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,65 г NaCl растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.71.3.3. *Определение массовой доли нитратов*

В приборе Кьельдаля 20 $см^3$ испытуемого раствора (Р.71.2) разбавляют водой до 140 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 27 %, нагревают, добавляют 1,0 г сплава Деварда и анализируют в соответствии с ОМ 6*, начиная со слов «оставляют на 1 ч».

Готовят контрольный раствор, используя 4 $см^3$ нитратосодержащего раствора сравнения II (4 $см^3$ = = 0,002 % NO_3).

Нитратосодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,37 г $NaNO_3$ растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.71.3.4. *Определение массовой доли кальция и меди*

Определение проводят атомно-абсорбционным методом в соответствии с ОМ 29* при следующих условиях:

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Ca	4	Воздух—ацетилен	422,7
Cu	4		324,7

*Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353-1—82.

Р.71.3.5. *Определение массовой доли железа*

10 см^3 испытуемого раствора (Р.71.2) смешивают с 2,5 см^3 серной кислоты, фильтруют и промывают осадок 10 см^3 воды. Затем к фильтрату добавляют 2 см^3 раствора 5-сульфосалициловой кислоты с массовой долей 20 % и 10 см^3 раствора аммиака с массовой долей 25 %.

Интенсивность желтой окраски анализируемого раствора (через 10 мин) не должна превышать интенсивность окраски контрольного раствора, приготовленного с использованием 1 см^3 железосодержащего раствора сравнения II (1 см^3 = 0,001 % Fe).

Железосодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: к 8,63 г $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ добавляют 10 см^3 H_2SO_4 с массовой долей 25 %, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и перемешивают.

Р.71.3.6. *Определение массовой доли калия и натрия*

Определение проводят методом пламенной фотометрии в соответствии с ОМ 30* при следующих условиях:

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
K	4	Воздух-ацетилен	766,5
Na	4		589,0

*Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353-1—82.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353-1—82 «РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. ЧАСТЬ 1. ОБЩИЕ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ (ОМ)»

5.2. Определение массовой доли хлоридов (ОМ 2)

Указанный объем испытуемого раствора подкисляют 1 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и добавляют 1 $см^3$ раствора нитрата серебра с массовой долей приблизительно 1,7 %.

Смесь отстаивают 2 мин, после чего сравнивают ее опалесценцию с опалесценцией смеси, полученной при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.6. Определение массовой доли общего азота (ОМ 6)

К указанному объему испытуемого раствора, разбавленному при необходимости до объема 140 $см^3$ в приборе Кьельдаля, состоящем из колбы Кьельдаля и перегонного устройства, добавляют 5 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 32 % и 1,0 г сплава Деварда или алюминиевой проволоки. Смесь отстаивают в течение 1 ч. Отгоняют 75 $см^3$ реакционной смеси в мерный цилиндр, содержащий 5,0 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 %. Добавляют 3 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 32 %, 2 $см^3$ реактива Несслера и разбавляют водой до объема 100 $см^3$.

Сравнивают интенсивность желтой окраски полученного раствора с интенсивностью окраски раствора, полученного при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.29. Атомная абсорбционная спектрометрия (ОМ 29)

5.29.1. *Общие указания*

Испытуемый образец или его раствор распыляют в высокотемпературное пламя, создаваемое смесью горючего газа и газа-окислителя, обеспечивающее испарение испытуемого образца и диссоциацию его молекул на атомы. Может быть использован прибор с беспламенным нагревом. Источник излучения, представляющий собой электронную лампу с полым катодом или безэлектродную разрядную трубку, активируемую микроволновым излучением, продуцирует излучение с длиной волны, соответствующей энергии возбуждения атомов испытуемого вещества. Атомы определяемого элемента поглощают определенную долю этого излучения, пропорциональную их количеству в основном (невозбужденном) состоянии, и это поглощение регистрируется атомно-абсорбционным спектрометром.

5.29.2. *Методика*

Сущность метода, многообразие существующих приборов, обилие параметров, связанных с испытуемым образцом и с прибором, и множественность влияющих факторов не позволяют дать подробных инструкций.

Выбор методики определяется требуемой степенью точности.

Следует принимать во внимание возможность возникновения помех от пламенных и беспламенных источников нагрева. Если прибор укомплектован пламенным источником нагрева, определение обычно проводят, используя водные растворы испытуемых веществ, слегка подкисленные азотной или соляной кислотой.

В целях учета эффектов раствора рекомендуется пользоваться методом добавок. Этот метод состоит в том, что определение осуществляют для серии (размер которой зависит от требуемой точности, но не меньше двух) растворов испытуемого образца, к которым добавлены известные количества определяемого вещества.

Длины волн, соответствующие резонансным линиям, и другая специальная информация приводятся в описаниях, относящихся к определенному реактиву.

5.30. Пламенная фотометрия (ОМ 30)

5.30.1. *Общие указания*

Метод основан на измерении интенсивности светового излучения, испускаемого некоторыми атомами при переходе из возбужденного состояния в состояние с более низкой энергией. Атомы переходят в возбужденное состояние в пламени, создаваемом смесью горючего газа и газа-окислителя. Интенсивность испускаемого атомами излучения измеряют с помощью фотометрической системы либо с монохроматором, либо с фильтрами.

Примечание. Могут быть использованы отличные от указанных в описаниях смеси газов для пламени, при этом может возникнуть необходимость изменить рекомендованные в этих же описаниях концентрации растворов.

5.30.2. *Методика анализа*

Методика анализа сходна с методикой атомно-абсорбционной спектроскопии, и здесь также можно дать лишь общие указания. Условия для каждого конкретного анализа можно найти в описаниях, касающихся анализируемого реактива.

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Н.Л. Рыбалко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 10.06.2002. Подписано в печать 03.07.2002. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,95.
Тираж 86 экз. С 6296. Зак. 217.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru