ГОСТ 851.12—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Метод определения свинца

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. № 83 межгосударственный стандарт ГОСТ 851.12—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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 В59

ГОСТ 851.12—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Метод определения свинца

Primary magnesium. Method for determination of lead

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,0005 до 0,01 %) в первичном магнии.

Метод основан на измерении атомной абсорбции свинца при длине волны 283,3 нм в электротермическом режиме атомизации.

Определение проводят методом стандартных добавок.

1 Общие требования

1.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

1.2 Массовую долю свинца определяют из двух параллельных навесок.

2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, оснащенный графитовым атомизатором, с источником возбуждения спектральной линии свинца.

Микрошприц вместимостью 2 мкм^3.

Аргон — по ГОСТ 10157.

Кислота азотная — по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1.

Кислота аскорбиновая по государственной фармакопее X.

Свинец в палочках — по ТУ 6—09—1490.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Вода дистиллированная — по ГОСТ 6709.

Стандартные растворы свинца

Раствор А: 0,100 г свинца растворяют в 20 см^3 раствора азотной кислоты при нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мкг свинца.

Раствор Б: 1 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 1 мкг свинца.

Раствор В: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора В содержит 4 мкг свинца.

Издание официальное

3 Проведение анализа

3.1 Навески массой по 0,5 г помещают в шесть стаканов вместимостью 200—300 см³, смачивают их водой и добавляют небольшими порциями в каждый стакан по 30 см³ раствора азотной кислоты.

Растворение проводят вначале при комнатной температуре, а затем при нагревании на электроплите. После полного растворения навесок растворы охлаждают до комнатной температуры и переводят в мерные колбы вместимостью 50 или 200 см³ (см. таблицу 1).

Таблица 1

Массовая доля свинца, %	Объем мерной колбы, см³	Стандартный раствор
От 0,0005 до 0,0025	50	Б
» 0,0020 » 0,0100	200	В

В пять из шести мерных колб, с растворами пробы, добавляют 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 см³ стандартного раствора Б или В (см. таблицу 1), что соответствует массовой концентрации добавленного свинца 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 мкг/см³.

В каждую колбу добавляют по 0,5 г аскорбиновой кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Для приготовления контрольного опыта в мерную колбу вместимостью 50 или 200 см³ (см. таблицу 1) помещают 30 см³ раствора азотной кислоты, прибавляют 0,5 г аскорбиновой кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Микрошприцем вводят в графитовую кювету последовательно раствор контрольного опыта, раствор пробы и в порядке возрастания концентрации свинца растворы, содержащие стандартный раствор свинца.

Измерение атомной абсорбции проводят в следующем режиме:

тип атомизации — электротермический;
ток лампы, мА — 7,5;
длина волны, нм — 283,3;
ширина щели прибора, нм — 1,3;
температура сушки I стадии, К — 353—373;
II стадии, К — 373—473;
время сушки I стадии, с — 10;
II стадии, с — 10;
температура озоления I стадии, К —473—573;
II стадии, К — 623—693;
время озоления I стадии, с — 10;
II стадии, с — 10;
температура атомизации, К — 1473—2273;
время атомизации, с — 7;
температура очистки, К — 2273—2473;
время очистки, с — 3;
скорость аргона, см³/мин — 200.

На стадии атомизации подачу аргона прекращают.

Из значений атомной абсорбции растворов, содержащих добавки стандартного раствора свинца, вычитают значение атомной абсорбции раствора пробы. По полученным результатам разности атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям добавленного свинца в мкг/см³ строят градуировочный график, по которому находят массовую концентрацию свинца в растворах контрольного опыта и пробы.

При построении градуировочного графика каждую точку строят по среднему арифметическому результату трех определений атомной абсорбции.

3.2 При работе прибора в автоматизированном режиме проводят его градуировку: в четыре стакана вместимостью 200—300 см³ помещают навески пробы массой по 0,5 г и далее проводят растворение, как указано в п. 3.1. Растворы переводят в мерные колбы вместимостью 50 или 200 см³ (см. таблицу 1).

В три из четырех мерных колб с растворами пробы добавляют 2,5; 7,5; 12,5 см³ стандартного раствора Б или В (см. таблицу 1), что соответствует массовой концентрации добавленного свинца 0,05; 0,15; 0,25 мкг/см³.

В каждую колбу добавляют по 0,5 г аскорбиновой кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор контрольного опыта готовят, как указано в 3.1.

Микрошприцем вводят в графитовую кювету раствор пробы, затем в порядке возрастания концентрации свинца — растворы, содержащие добавки стандартного раствора свинца, и проводят градуировку прибора.

Измерение атомной абсорбции свинца проводят в режиме по 3.1.

Затем вводят в графитовую кювету растворы контрольного опыта, пробы и проводят измерения атомной абсорбции свинца в режиме по 3.1.

После каждых 4—5 измерений атомной абсорбции свинца проводят очистку графитовой кюветы: микрошприцем вводят в нее воду и проводят процесс атомизации в режиме по 3.1.

4 Обработка результатов анализа

4.1 Массовую долю свинца (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot 10^{-6} \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C — массовая концентрация свинца в растворе пробы, мкг/см³;

C_0 — массовая концентрация свинца в растворе контрольного опыта, мкг/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

4.2 Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля свинца, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,0005 до 0,001 включ.	0,0002	0,0003	0,0002
Св. 0,0010 » 0,003 »	0,0004	0,0006	0,0005
» 0,0030 » 0,010 »	0,0007	0,0010	0,0008

4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

4.4 При оформлении результатов анализа делают ссылку на данный стандарт и приводят результаты контроля точности.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 8.315—97	Раздел 2	ГОСТ 25086—87	1.1; 4.3
ГОСТ 6709—72	Раздел 2	ТУ 6—09—1490—85	Раздел 2
ГОСТ 10157—79	Раздел 2	Государственная фармакопея X	Раздел 2
ГОСТ 11125—84	Раздел 2		

gost.e-ecolog.ru