ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ

АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 26880.1—86, ГОСТ 26880.2—86
(СТ СЭВ 5010-85—СТ СЭВ 5013-85)

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Министерством цветной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Г. И. Иванов, Р. Д. Коган, Л. К. Ларина, Н. Н. Аверина, Т. И. Трещеткина

ВНЕСЕНЫ Министерством цветной металлургии СССР

Член Коллегии **А. П. Снурников**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлениями Государственного комитета СССР по стандартам от 25 апреля 1986 г. № 1072, 1073

УДК 669.4 : 543.422 : 006.354 Группа В 59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 26880.1—86

(СТ СЭВ 5010—85 — СТ СЭВ 5013—85)

СВИНЕЦ

Атомно-абсорбционный метод анализа

Lead. Atomic-absorption method of analysis

Взамен ГОСТ 20580.10—78, ГОСТ 20580.11—78

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 апреля 1986 г. № 1072 срок действия установлен

с 01.01.87.
до 01.01.92.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения компонентов металлического свинца марок СО, С1С, С1, С2С, С2, С3С и С3 при массовой доле, %:

	без обогащения	с обогащением
серебро	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $3 \cdot 10^{-3}$
медь	от $3 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-1}$	от $3 \cdot 10^{-4}$ до $4 \cdot 10^{-3}$
цинк	от $5 \cdot 10^{-4}$ до 2.10^{-1}	от $5 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}$
висмут	от $2 \cdot 10^{-3}$ до $2 \cdot 10^{-1}$	от $2 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-2}$
мышьяк	от $1 \cdot 10^{-2}$ до $1 \cdot 10^{-1}$	от $3 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}$
олово	от $1 \cdot 10^{-2}$ до $2 \cdot 10^{-1}$	от $3 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}$
сурьма	от $1 \cdot 10^{-2}$ до $4 \cdot 10^{-1}$	от $3 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}$
железо	от $5 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}$	от $5 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}$
магний	от $5 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}$	—
кальций	от $5 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}$	—

Атомно-абсорбционный метод определения примесей в свинце без обогащения основан на растворении пробы в азотной кислоте и измерении атомной абсорбции по аналитическим линиям определяемых элементов при введении анализируемых и градуировочных растворов в пламени ацетилен—воздух и закись азота—ацетилен.

Метод, предусматривающий обогащение пробы, основан на разложении пробы азотной кислотой, осаждении основной массы свинца в виде нитрата, упаривании полученного раствора до не-

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1986

большого объема и измерении в нем атомной абсорбции по аналитическим линиям определяемых элементов при введении этого и градуировочного растворов в пламя ацетилен — воздух и закись азота — ацетилен.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5010-85—СТ СЭВ 5013-85.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—81.

1.2. Контроль правильности проводят по ГОСТ 25086—81 методом добавок или по стандартным образцам свинца СЗ — С0 № (1591—1602)—79 по Государственному реестру мер и измерительных приборов СССР.

Навеску стандартного образца в зависимости от содержания контролируемого элемента отбирают в виде опилок или стружки и проводят анализ в соответствии с разд. 5 (опилки получают напильником, стружки — с помощью сверла).

Контроль правильности проводят не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов, растворов, аппаратуры, после длительного перерыва в работе.

1.3. Численное значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того разряда, что и в соответствующем значении допускаемого расхождения параллельных определений.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Требования безопасности — по ГОСТ 8857—77 с дополнениями.

2.1.1. При анализе свинца применяются следующие реактивы и материалы, оказывающие вредное действие на организм человека:

свинец, азотная, фтористоводородная и винная кислоты, азотнокислая закисная ртуть, ацетилен, закись азота. При работе с данными веществами следует руководствоваться требованиями безопасности по ГОСТ 3778—77, ГОСТ 11125—78, ГОСТ 5817—77, ГОСТ 4521—78, ГОСТ 10484—78.

При использовании и эксплуатации сжатых, сжиженных и растворенных газов в процессе анализа требуется соблюдать правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Госгортехнадзором СССР.

2.1.2. Для предотвращения попадания в воздух рабочей зоны вредных веществ, выделяющихся при распылении анализируемых растворов в пламя и вредно действующих на организм работающего в количествах, превышающих предельно допустимые кон-

центрации, горелка атомно-абсорбционного спектрофотометра должна находиться внутри вытяжного устройства.

2.1.3. Подготовка проб к анализу должна проводиться в шкафах, оборудованных местной вытяжной вентиляцией.

2.1.4. Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.1.019—79.

3. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ и РАСТВОРЫ

Атомно-абсорбционный спектрофотометр со всеми принадлежностями и источниками излучения для серебра, меди, цинка, висмута, мышьяка, олова, сурьмы, железа, магния и кальция. При определении железа необходимо использование распылителя и горелки, изготовленных из материала, не содержащего железа.

Весы аналитические и торсионные.

Кислота азотная особой чистоты марки ОС.Ч. 18—4 по ГОСТ 11125—84 и растворы 1 : 2, 1 : 3 и 1 : 6.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77.

Свинец по ГОСТ 3778—77 или свинец азотнокислый особой чистоты с массовой долей, %, не более:

серебра	$2 \cdot 10^{-4}$	висмута	$2 \cdot 10^{-3}$
меди	$3 \cdot 10^{-4}$	сурьмы, олова, мышьяка	$3 \cdot 10^{-4}$
цинка, железа, магния, кальция	$5 \cdot 10^{-4}$		

Раствор свинца:

из металлического свинца: в стакане вместимостью 600 см³ растворяют 25,0 г свинца в 150 см³ раствора азотной кислоты (1 : 3), выпаривают до влажных солей, прибавляют 5 см³ азотной кислоты и 150 см³ воды. Нагревают до растворения солей и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают;

из азотнокислого свинца: в стакане вместимостью 400 см³ растворяют 40,0 г азотнокислого свинца в 150 см³ воды, прибавляют 5 см³ азотной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 г свинца.

Ртуть азотнокислая закисная по ГОСТ 4521—78.

Серебро зернистое или серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75.

Стандартный раствор серебра:

из металлического серебра: 0,1000 г серебра растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты (1 : 3) при нагревании. Раствор охлаждают, добавляют 50 мг азотнокислой закисной ртути, 5 см³

азотной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают;

из азотнокислого серебра: 0,1575 г азотнокислого серебра растворяют в 15 см³ воды, добавляют 50 мг азотнокислой закисной ртути, 5 см³ азотной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор хранят в темном месте.

1 см³ раствора содержит 1 мг серебра.

Медь по ГОСТ 859—78.

Стандартный раствор меди.

1,0000 г меди, промытой раствором азотной кислоты (1 : 6), растворяют в 30 см³ азотной кислоты при нагревании, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг меди.

Цинк по ГОСТ 3640—79.

Стандартный раствор цинка.

1,0000 г цинка растворяют в 25 см³ раствора азотной кислоты (1 : 3), переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг цинка.

Висмут по ГОСТ 10928—75.

Стандартный раствор висмута.

1,0000 г висмута растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты (1 : 3) при нагревании, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 10 см³ азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг висмута.

Мышьяк металлический.

Стандартный раствор мышьяка.

1,0000 г мышьяка растворяют в 10 см³ азотной кислоты при нагревании под крышкой. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг мышьяка.

Олово по ГОСТ 860—75.

Стандартный раствор олова.

1,0000 г олова растворяют в 50 см³ смеси азотной, фтористоводородной кислот и воды (15 : 10 : 25) во фторопластовом стакане при нагревании, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой, перемешивают и переливают в полиэтиленовую посуду для хранения.

1 см³ раствора содержит 1 мг олова.

Сурьма по ГОСТ 1089—82.

Стандартный раствор сурьмы.

1,0000 г сурьмы растворяют в 15 см³ азотной кислоты с добавлением 15 г винной кислоты при нагревании, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг сурьмы.

Железо металлическое, восстановленное водородом или карбонильное.

Стандартный раствор железа.

1,0000 г железа растворяют в 15 см³ азотной кислоты при нагревании, раствор охлаждают, добавляют 10 см³ азотной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг железа.

Магния окись по ГОСТ 4526—75.

Стандартный раствор магния.

1,6800 г предварительно прокаленной в муфельной печи при (600±25)° С в течение 1 ч и охлажденной в эксикаторе окиси магния растворяют в 10 см³ азотной кислоты при нагревании, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг магния.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Стандартный раствор кальция.

2,4970 г предварительно просушенного в сушильном шкафу при (100±5)° С в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе углекислого кальция растворяют в 15 см³ азотной кислоты при нагревании, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг кальция.

Из указанных растворов определяемых элементов методом последовательного разбавления каждого в 10, 100 и 1000 раз готовят стандартные растворы, содержащие каждого элемента по 100, 10 и 1 мкг/см³ соответственно (раствор с содержанием определяемого элемента 1 мкм/см³ готовят только для серебра).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, при необходимости дополнительно перегнанная в кварцевом аппарате или очищенная на ионообменной колонке.

4. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4.1. **Метод определения серебра, меди, цинка, висмута, мышьяка, олова, сурьмы, железа, магния и кальция без обогащения**

Градуировочные растворы для определения вышеуказанных элементов готовят в соответствии с табл. 1. Для учета загрязнений, вносимых реактивами в растворы для построения градуировочного графика, для каждого элемента готовят контрольный

Таблица 1

Приготовление градуировочных растворов (метод без обогащения)

Содержание определяемого элемента в градуировочном растворе, мкг/см³	Количество стандартного раствора с массовой концентрацией в мкг/см³, требуемое для приготовления градуировочных растворов, см³																			
	Серебро			Медь		Цинк		Висмут		Мышьяк	Олово		Сурьма		Железо		Кальций		Магний	
	1	10	100	10	100	10	100	10	100	100	100	1000	100	1000	10	100	10	100	10	100
0,05	5,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,1	10,0	—	—	1,0	—	1,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1,0	—	1,0	—
0,2	—	2,0	—	2,0	—	2,0	—	—	—	—	—	—	—	—	2,0	—	2,0	—	2,0	—
0,4	—	4,0	—	4,0	—	4,0	—	—	—	—	—	—	—	—	4,0	—	4,0	—	4,0	—
0,6	—	6,0	—	6,0	—	6,0	—	6,0	—	—	—	—	—	—	6,0	—	6,0	—	6,0	—
0,8	—	8,0	—	8,0	—	8,0		8,0	—	—	—	—	—	—	8,0	—	8,0	—	8,0	—
1,0	—	10,0	—	10,0	—	10,0	—	10,0	—	—	—	—	—	—	10,0	—	10,0	—	10,0	—
2,0	—	—	2,0	—	2,0	—	2,0	—	2,0	2,0	2,0	—	2,0	—	—	2,0	—	2,0	—	2,0
4,0	—	—	—	—	4,0	—	4,0	—	4,0	—	—	—	4,0	—	—	4,0	—	—	—	—
5,0	—	—	—	—	5,0	—	—	—	—	5,0	5,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—
6,0	—	—	—	—	—	—	6,0	—	6,0	—	—	—	—	—	—	6,0	—	—	—	—
8,0	—	—	—	—	—	—	8,0	—	8,0	—	—	—	8,0	—	—	8,0	—	—	—	—
10,0	—	—	—	—	—	—	10,0	—	10,0	10,0	10,0	—	—	—	—	10,0	—	—	—	—
15,0	—	—	—	—	—	—	—	—	15,0	15,0	—	—	15,0	—	—	—	—	—	—	—
20,0	—	—	—	—	—	—	—	—	20,0	20,0	20,0	—	20,0	—	—	—	—	—	—	—
30,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	3,0	—	3,0	—	—	—	—	—	—
40,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	4,0	—	4,0	—	—	—	—	—	—

Таблица 2

Приготовление градуировочных растворов (метод с обогащением)

Содержание определяемых элементов в градуировочных растворах, мкг/см³	Количество стандартного раствора с массовой концентрацией в мкг/см³, требуемое для приготовления градуировочных растворов, см³											
	Серебро		Медь	Цинк	Висмут	Мышьяк		Олово		Сурьма		Железо
	10	100	100	100	100	100	1000	100	1000	100	1000	100
0,5	5,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
1,0	10,0	—	1,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2,0	—	2,0	2,0	2,0	—	—	—	—	—	—	—	2,0
4,0	—	4,0	4,0	4,0	—	—	—	—	—	—	—	4,0
5,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
6,0	—	6,0	6,0	6,0	—	—	—	—	—	—	—	6,0
8,0	—	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	—	8,0	—	8,0	—	8,0
10,0	—	10,0	10,0	10,0	—	—	—	—	—	—	—	10,0
15,0	—	15,0	—	—	15,0	15,0	—	15,0	—	15,0	—	—
20,0	—	—	—	—	20,0	20,0	—	20,0	—	20,0	—	—
30,0	—	—	—	—	—	—	3,0	—	3,0	—	3,0	—
40,0	—	—	—	—	—	—	4,0	—	4,0	—	4,0	—
60,0	—	—	—	—	—	—	—	—	6,0	—	—	—
80,0	—	—	—	—	—	—	—	—	8,0	—	—	—
100,0	—	—	—	—	—	—	—	—	10,0	—	—	—
120,0	—	—	—	—	—	—	—	—	12,0	—	—	—
140,0	—	—	—	—	—	—	—	—	14,0	—	—	—

раствор. В этот раствор вносят все реактивы, вводимые в градуировочные растворы, кроме стандартного раствора. Объем контрольного и каждого градуировочного раствора равен 100 см³. Во все колбы добавляют по 5 см³ азотной кислоты и по 1 г винной кислоты. В градуировочные растворы серебра, висмута, мышьяка, олова, цинка, меди, железа, сурьмы добавляют раствор свинца в количестве, соответствующем содержанию свинца в растворе пробы согласно используемой навеске. Растворы доводят до метки водой и перемешивают.

Для измерения абсорбции меди, цинка, железа в разбавленных растворах готовят вторую серию градуировочных растворов, в которую не добавляют свинец. Рекомендуемая массовая доля в градуировочных растворах: для меди — от 1,0 до 5,0 мкг/см³; для железа и цинка — от 2,0 до 10,0 мкг/см³.

Градуировочные растворы, содержащие менее 1 мкг/см³ определяемых элементов, готовят в день выполнения измерений.

4.2. **Метод определения серебра, меди, цинка, висмута, железа, мышьяка, олова и сурьмы с обогащением**

Градуировочные растворы для определения вышеуказанных элементов готовят в соответствии с табл. 2. Объем каждого градуировочного раствора равен 100 см³. Во все колбы добавляют по 5 см³ азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают. Контрольный раствор готовят в соответствии с п. 4.1.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. **Разложение проб и концентрирование примесей**

5.1.1. Разложение проб при определении серебра, меди, цинка, висмута, мышьяка, олова, сурьмы, железа, магния и кальция без обогащения

Навеску пробы массой от (1,000±0,100) до (4,000±0,100) г для меди, серебра, висмута, олова, железа и кальция и от (1,000±0,100) до (2,000±0,100) г для цинка, магния, сурьмы и мышьяка в зависимости от концентрации определяемых элементов помещают в стакан вместимостью 250 см³ и очищают загрязненную часть поверхности промыванием в течение 30 с 10 см³ раствора азотной кислоты (1:3) и (1:6) для пробы в виде кусочков и в виде стружки соответственно. Раствор кислоты сливают, пробу промывают несколько раз водой из промывалки, держа стакан наклонно. Затем пробу помещают во фторопластовую или кварцевую посуду, или посуду из стеклоуглерода, добавляют 1 г винной кислоты, 20—40 см³ раствора азотной кислоты (1:3), закрывают крышкой и разлагают при нагревании. Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 20 см³ воды, 5 см³ азотной кислоты, подог-

ревают до растворения солей, добавляют 50 мг азотнокислой закисной ртути, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Если в пробе не определяют кальций или магний, то можно разлагать ее в стеклянном стакане, где проводили очистку пробы.

При содержании цинка и железа от 0,1 до 0,2%, а меди от 0,05 до 0,2% раствор пробы разбавляют в 5 раз, для чего 10 см³ раствора переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 2 см³ азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

В случае определения железа проба должна быть отмагничена.

5.1.2. Разложение пробы и концентрирование сурьмы, олова и мышьяка

Пробу свинца нарезают кусочками массой по 50—500 мг и отбирают навеску массой (40,000±0,200) г при массовой доле определяемых примесей от $3 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-3}$% и (20,000±0,200) г при массовой доле сурьмы, мышьяка и олова более $2 \cdot 10^{-3}$%. Пробу помещают во фторопластовый стакан или стакан из стеклоуглерода вместимостью 400—500 см³ (на стакане предварительно делают метку на 200 см³) и очищают загрязненную часть поверхности промыванием в течение 30 с 30 см³ раствора азотной кислоты (1 : 3) и (1 : 6) для пробы, нарезанной кусочками и в виде стружки соответственно. Раствор кислоты сливают и пробу промывают несколько раз водой из промывалки, держа стакан наклонно. Затем в стакан приливают 1,5—2,0 см³ фтористоводородной кислоты и 100—150 см³ раствора азотной кислоты (1 : 2) в зависимости от навески пробы. Пробу растворяют при нагревании. Раствор доводят до кипения, прибавляют 100—150 см³ (в зависимости от навески) кипящей (~80° С) азотной кислоты. Кислоту добавляют постепенно при интенсивном перемешивании раствора фторопластовой палочкой. При этом выпадает осадок нитрата свинца. Раствор над осадком упаривают до 200 см³ и охлаждают в проточной воде в течение 1 ч. Раствор декантируют в другой стакан (с меткой 100 см³). Осадок дважды промывают азотной кислотой порциями по 15 см³, тщательно перемешивая. После отстаивания промывной раствор декантируют в стакан с основным раствором. Осадок отбрасывают. Раствор выпаривают до объема 100 см³, при этом снова появляется осадок нитрата свинца. Раствор с осадком охлаждают в течение 20 мин и декантируют во фторопластовый стакан вместимостью 250 см³. Осадок промывают 5 см³ азотной кислоты. Промывной раствор сливают в тот же фторопластовый стакан. Раствор упаривают досуха, приливают 5 см³ воды, 1,5 см³ азотной кислоты, пробу подогревают до растворения солей, добавляют 10—25 мг азотнокислой закисной ртути, переносят в мерный цилиндр вместимостью 25 см³, доводят водой до 15 см³. Раствор перемешивают, переливая его несколько раз из мерного цилиндра

в стакан, в котором проводилось выпаривание, и обратно. Раствор оставляют во фторопластовом стакане, накрывая его крышкой. При разложении проводят контрольный опыт для внесения поправки в результат анализа.

При массовой доле сурьмы и мышьяка от $4 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-2}$% раствор пробы разбавляют в 5 раз, для чего 5 см³ раствора переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, добавляют 1 см³ азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

Атомную абсорбцию олова измеряют из неразбавленного раствора.

По этой же методике без добавления фтористоводородной кислоты можно обогащать пробу с целью определения низких концентраций серебра, меди, цинка, висмута и железа, используя для этого навеску пробы массой 10 г. Уменьшение навески пробы до 10 г сокращает время концентрирования примесей.

5.1.3. Разложение проб и концентрирование серебра, меди, цинка, висмута и железа

Навеску пробы свинца массой (10,000±0,200) г нарезают кусочками массой по 50—500 мг, если проба представлена большим куском, помещают в термостойкий стакан вместимостью 400—500 см³ (на стакане предварительно делают метку до 100 см³) и очищают загрязненную часть поверхности промыванием в течение 30 с 20 см³ раствора азотной кислоты (1 : 3) и (1 : 6) для пробы, нарезанной кусочками и в виде стружки соответственно. Раствор кислоты сливают и пробу промывают несколько раз водой из промывалки, держа стакан наклонно. Затем пробу растворяют в 60 см³ раствора азотной кислоты (1 : 2) при нагревании. Раствор доводят до кипения, прибавляют 60 см³ кипящей (~80° С) азотной кислоты. Кислоту добавляют постепенно при интенсивном перемешивании раствора стеклянной палочкой. При этом выпадает осадок нитрата свинца.

Раствор упаривают до объема 100 см³ и охлаждают в проточной воде в течение 1 ч, далее его декантируют в кварцевую чашку или фторопластовый стакан (во фторопластовом стакане упаривание идет более спокойно, без разбрызгивания). Осадок дважды промывают азотной кислотой порциями по 10 см³, тщательно перемешивая, и отбрасывают. Промывной раствор после отстаивания декантируют в кварцевую чашку или фторопластовый стакан с основным раствором и упаривают досуха. Затем приливают 10 см³ воды, 2 см³ азотной кислоты, подогревают до растворения солей, добавляют 10—15 мг азотнокислой закисной ртути и переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³. При разложении проводят контрольный опыт для внесения поправки в результат анализа.

При концентрации определяемых примесей от $2 \cdot 10^{-3}$% и выше пробы переводят на объем 100 см³, увеличивая объем азотной кислоты до 5 см³.

В случае определения железа проба должна быть отмагничена.

5.2. **Измерение атомной абсорбции**

Измеряют атомную абсорбцию меди, серебра, висмута, железа, кальция, магния, цинка, сурьмы в пламени ацетилен — воздух, атомную абсорбцию мышьяка — в пламени закись азота — ацетилен, атомную абсорбцию олова можно измерять в том и другом пламени. При этом используют аналитические линии (длины волн в нм):

серебро	328,1	магний	285,2
висмут	223,1	сурьма	217,6
медь	324,8	олово	286,3
цинк	213,8	мышьяк	193,7
кальций	422,7	железо	248,3

Измерение проводят в режиме «поглощение» методом «ограничивающих растворов» с записью на самопишущем потенциометре или без нее. Метод «ограничивающих растворов» заключается в получении отсчетов для раствора пробы и двух градуировочных растворов, один из которых дает больший, а другой — меньший отсчет по сравнению с отсчетом для раствора пробы. Градуировочные растворы и пробы фотометрируют по два раза.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. По полученным значениям атомной абсорбции градуировочных растворов после вычитания значения атомной абсорбции контрольного раствора и соответствующим им содержаниям определяемых элементов строят градуировочный график.

Полученный результат (X) в мкг/см^3 пересчитывают для получения результата в процентах 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/см^3;

a_0 — содержание определяемого элемента в растворе контрольного опыта, мкг/см^3;

m — масса пробы, мг;

V — объем раствора пробы, см^3;

1000 — коэффициент пересчета мкг в мг.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

6.2. Наибольшее расхождение трех параллельных определений не должно превышать допускаемого расхождения, рассчитанного по формуле

$$d=3{,}31\cdot S_{scx}\cdot \bar{X},$$

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

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

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

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

Значения относительных средних квадратических отклонений сходимости и воспроизводимости приведены в табл. 3.

Таблица 3

Значения относительных средних квадратических отклонений

Определяемый элемент	Интервал массовых долей, %	Относительное среднее квадратическое отклонение сходимости	Относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости
Олово	От 0,0003 до 0,0100	0,07	0,09
	Св. 0,01 » 0,02	0,06	0,075
	» 0,02 » 0,10	0,05	0,06
	» 0,1 » 0,2	0,04	0,05
Мышьяк	От 0,0003 до 0,0009	0,11	0,13
	Св. 0,0009 » 0,0040	0,06	0,07
	» 0,004 » 0,100	0,04	0,045
Сурьма	От 0,0003 до 0,0010	0,07	0,09
	Св. 0,001 » 0,050	0,06	0,075
	» 0,05 » 0,20	0,04	0,05
	» 0,2 » 0,4	0,025	0,03
Медь	От 0,0003 до 0,0020	0,08	0,10
	Св. 0,002 » 0,009	0,065	0,08
	» 0,009 » 0,030	0,04	0,05
	» 0,03 » 0,20	0,025	0,03
Цинк	От 0,0005 до 0,0009	0,09	0,11
	Св. 0,0009 » 0,0020	0,07	0,09
	» 0,002 » 0,005	0,05	0,06
	» 0,005 » 0,030	0,04	0,045
	» 0,03 » 0,20	0,025	0,03
Висмут	От 0,002 до 0,005	0,06	0,075
	Св. 0,005 » 0,040	0,05	0,06
	» 0,04 » 0,20	0,03	0,04
Серебро	От 0,0002 до 0,0006	0,08	0,10
	Св. 0,0006 » 0,0010	0,065	0,08
	» 0,001 » 0,006	0,05	0,06
	» 0,006 » 0,010	0,04	0,05
	» 0,01 » 0,02	0,025	0,03
Кальций, магний	От 0,0005 до 0,0200	0,04	0,05
Железо	От 0,0005 до 0,0050	0,065	0,08
	Св. 0,005 » 0,010	0,06	0,07
	» 0,01 » 0,02	0,045	0,055

Изменение № 1 ГОСТ 26880.1—86 Свинец. Атомно-абсорбционный метод анализа

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 обозначение стандарта дополнить обозначениями: **СТ СЭВ 5509—86, СТ СЭВ 5511—86.**

Вводная часть. Заменить верхнюю границу диапазона массовых долей магния и кальция: $2 \cdot 10^{-2}$ на $5 \cdot 10^{-2}$;

четвертый абзац дополнить словами: «СТ СЭВ 5509—86 и СТ СЭВ 5511—86».

Раздел 3 после слов «по ГОСТ 4521—78» дополнить словами: «или окисная по ГОСТ 4520—78»;

заменить слова: «Магния окись по ГОСТ 4526—75» на «Магний металлический по ГОСТ 804—72 или магния окись по ГОСТ 4526—75»;

стандартный раствор магния. Заменить значения: 1,6800 г на «1,000 г магния или 1,6583 г», (600±25) °С на (700±25) °С;

дополнить абзацами: «Калий хлористый по ГОСТ 4234—77 с массовой долей кальция и магния не более 0,001 и 0,0005 % соответственно, раствор 40 г/дм^3.

(Продолжение см. с. 98)

Цезий хлористый особой чистоты с массовой долей кальция и магния не более 0,001 и 0,0005 % соответственно, раствор 10 г/дм³».

Пункт 4.1 дополнить абзацем (после первого): «В градуировочные растворы для определения кальция и магния в каждую из колб добавляют по 10 см³ раствора хлористого калия или хлористого цезия, если измерение проводят в пламени закись азота—ацетилен. В градуировочные растворы серебра добавляют по 50 мг азотнокислой закисной или окисной ртути».

Таблица 1. Графы кальций и магний для приготовления градуировочных растворов 100 см³ с содержанием определяемого элемента 5,0 дополнить значением: 5,0.

Пункт 4.2 дополнить абзацем: «В градуировочные растворы серебра добавляют до 50 мг азотнокислой закисной или окисной ртути».

Пункты 5.1—5.1.3. По всему тексту после слова «закисной» дополнить словами: «или окисной» (3 раза).

Пункт 5.1.1. Первый абзац после слова «ртути» дополнить словами: «и 10 см³ раствора хлористого калия или хлористого цезия, если измерение кальция или магния проводят в пламени закись азота—ацетилен».

Пункт 5.2. Первый абзац после слова «железа» исключить слова: «кальция, магния»; после слова «олова» дополнить словами: «кальция и магния».

Пункт 6.2. Таблица 3. Заменить верхнюю границу интервала массовых долей «Кальций, магний»: «до 0,0200» на «до 0,0500».

(ИУС № 8 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 26880.1—86 Свинец. Атомно-абсорбционный метод анализа

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».

Раздел 1. Заменить ссылку: ГОСТ 25086—81 на ГОСТ 25086—87.

Пункт 2.1.1 изложить в новой редакции: «2.1.1. При анализе свинца применяются реактивы и материалы, оказывающие вредное действие на организм человека: свинец, азотная, фтористоводородная и винная кислоты, азотнокислая закисная ртуть, ацетилен, закись азота, предельно допустимые концентрации которых в рабочей зоне производственных помещений составляют (в мг/м^3): для свинца и его неорганических соединений 0,01, среднесменная 0,007 (класс опасности 1); азотной кислоты и ее паров 2 (класс опасности 3); паров фтористоводородной кислоты 0,5 (класс опасности 2); азотнокислой закисной ртути 0.2, среднесменная ПДК 0,05 (класс опасности 1); ацетилена 0,5 (класс опасности 2), окислов азота (в пересчете на NO_2) 5 (класс опасности 3).

Перечисленные реактивы и материалы оказывают на организм человека следующие вредные воздействия:

свинец может поступить в организм через органы дыхания, желудочно-кишечный тракт, кожу и вызвать поражения нервной, кровеносной и сердечно-сосудистой систем, верхних дыхательных путей, желудочно-кишечного тракта, печени, почек, глаз и кожи, а также может вызвать обменные и эндокринные нарушения;

концентрированная азотная кислота при попадании на кожу вызывает тяжелые ожоги, разбавленные растворы могут быть причиной экземы. Опасен дым, содержащий двуокись азота (NO_2), пятиокись азота (N_2O_5) и туман азотной кислоты, который при превышении ПДК раздражает дыхательные пути и может вызвать разрушение зубов, конъюнктивиты и поражение роговицы глаза;

пары фтористоводородной кислоты при превышении ПДК сильно раздражают верхние дыхательные пути и слизистые оболочки (порог раздражающего действия — 0,008 мг/дм^3), могут вызвать острые и хронические отравления, изменения в органах пищеварения и дыхания, сердечно-сосудистой системе, а также изменения в составе крови. Фтористоводородная кислота прижигающе действует на кожу, вызывая дерматиты и язвы;

винная кислота действует раздражающе на слизистые оболочки и кожные покровы;

азотнокислая закисная ртуть ядовита при попадании внутрь, соприкосновении с кожей и при вдыхании пыли. Отравление солями ртути проявляется головной болью, покраснением, набуханием и кровоточением десен, стоматитом, на-

(Продолжение см. с. 50)

буханием лимфатических и слюнных желез, колитом. При тяжелых отравлениях развиваются резкие изменения в почках, слизистой оболочке желудка и двенадцатиперстной кишки, печени;

ацетилен и закись азота вызывают удушение вследствие вытеснения кислорода из легких.

При работе со свинцом, азотной, фтористоводородной и винной кислотами, азотнокислой закисной ртутью следует руководствоваться требованиями безопасности по ГОСТ 3778—77, ГОСТ 11125—84, ГОСТ 5817—77, ГОСТ 4521—78, ГОСТ 10484—78.

При использовании и эксплуатации сжатых, сжиженных и растворенных газов в процессе анализа следует соблюдать правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Госгортехнадзором СССР».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.1.3а: «2.1.3а. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны, выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005—88; контроль осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Минздравом СССР, или по методикам, соответствующим требованиям ГОСТ 12.1.016—79».

Раздел 3. Заменить значение: 1,0000 на 1,000 (8 раз);

третий абзац. Заменить слова: «марки ОС.Ч. 18—4 по ГОСТ 11125—84» на «марки ОС.Ч. 18—4, ОС.Ч. 21—5 по ГОСТ 11125—84»;

шестой абзац. Заменить слова: «Свинец по ГОСТ 3778—77 или свинец азотнокислый» на «Свинец или свинец азотнокислый»;

стандартный раствор кальция. Заменить значение: 2,4970 на 2,497.

Раздел 4. Таблицы 1, 2. Головка. Заменить слово: «Содержание» на «Массовая концентрация».

Таблица 1 Графа «Железо». Для приготовления градуировочных растворов с содержанием определяемого элемента 0,1 мкг/см³ графу 10 см³ дополнить значением: 1,0;

графы «Серебро», «Кальций», «Магний». Для приготовления градуировочных растворов с содержанием определяемого элемента 4,0 мкг/см³ графу 100 см³ дополнить значением: 4,0;

графа «Висмут». Для приготовления градуировочных растворов с содержанием определяемого элемента 30,0 мкг/см³ графу 100 см³ дополнить значением: 30,0;

графу «Содержание определяемого элемента в градуировочном растворе» дополнить значением: 50,0;

графа «Сурьма». Для приготовления градуировочных растворов с содержанием определяемого элемента 50,0 мкг/см³ графу 1000 см³ дополнить значением: 5,0.

Таблица 2. Графы «Цинк», «Железо» с содержанием определяемого элемента 1,0 мкг/см³ дополнить значением: 1,0;

графы «Мышьяк», «Олово», «Сурьма». Для приготовления градуировочных

(Продолжение см. с. 51)

растворов с содержанием определяемого элемента 6,0 мкг/см³ графу 100 см³ дополнить значением: 6,0.

графы «Медь», «Цинк», «Железо» с содержанием определяемого элемента 15,0 мкг/см³ дополнить значением: 15,0;

графу «Медь» с содержанием определяемого элемента 20,0 мкг/см³ дополнить значением: 20,0.

Пункт 5.1.1. Заменить значения: (1,000±0,100) на (1,000±0,200) (2 раза); (4,000±0,100) на (4,000±0,500); (2,000±0,100) на (2,000±0,200).

Пункт 5.1.2. Заменить значения: (40,000±0,200) на (40,000±1,000); (20,000±0,200) на (20,000±1,000); (1:2) на (1:3).

Пункт 5.1.3. Заменить значение: (10,000±0,200) на (10,000±1,000).

Пункт 6.1. Заменить слово: «содержанием» на «массовым концентрациям» (3 раза).

(Продолжение см. с. 52)

(Продолжение изменения к ГОСТ 26880 1—86)

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

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

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

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

(ИУС № 10 1991 г)

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *Л. А. Пономарева*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб 19 05 86 Подп. в печ. 25 07 86 1,25 усл п. л. 1,25 усл. кр -отт. 1,09 уч.-изд. л.
Тир 12 000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер , 3
Тип «Московский печатник», Москва, Лялин пер , 6. Зак. 2217