ГОСТ 1293.6—78

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАТРИЯ

Издание официальное

БЗ 4—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.4'75:546.33.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

Метод определения натрия

Antimonoys lead alloys.
Method for the determination of sodium

ГОСТ 1293.6—78

Взамен ГОСТ 1293.6—67

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения содержания натрия (при массовой доле натрия от 0,001 до 0,04 %) в свинцово-сурьмянистом сплаве.

Метод основан на измерении интенсивности резонансных линий натрия 589,0 и 589,6 нм при введении растворов проб и растворов для построения градуировочного графика в воздушно-ацетиленовое или бутан-пропан-воздушное пламя. Пробы свинцово-сурьмянистого сплава предварительно переводят в раствор разложением в смеси разбавленной азотной и винной кислот.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 1293.0 и ГОСТ 25086.

1.2. Взвешивание навесок производят с погрешностью не более 0,0005 г.

1.3. Анализируемые пробы переводят в раствор во фторопластовой или кварцевой посуде.

1.4. Относительное среднее квадратическое отклонение метода не должно превышать 0,07. Абсолютное допускаемое расхождение d для любой массовой доли натрия при доверительной вероятности $P = 0,95$ и числе параллельных $n = 2$ вычисляют по формуле $d = 2,77 \cdot S_r \cdot \bar{x}$, где S_r — относительное среднее квадратическое отклонение;

$\bar{x}$ — массовая доля натрия, %.

1.5. Контроль правильности результатов анализа осуществляют методом добавок не реже одного раза в месяц, а также каждый раз при замене растворов для построения градуировочного графика.

Количество параллельных определений с добавкой и без нее должно быть одинаковым.

Результаты анализов пробы с добавкой и без нее вычисляют как среднее арифметическое двух параллельных определений каждой из добавок, при этом расхождение между параллельными определениями не должно превышать допускаемых расхождений.

Найденную величину добавки рассчитывают как разность между найденным содержанием элемента в пробе с добавкой и результатом анализа пробы без добавки.

Результаты анализа считают правильными, если найденная величина стандартной добавки отличается от расчетного содержания не более чем на $0,5 \cdot \sqrt{d_1^2 + d_2^2}$,

где d_1 и d_2 — допускаемые расхождения между результатами параллельных определений пробы без добавки и с добавкой соответственно.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки с вариантом эмиссионной работы.

Пламенный фотометр на базе монохроматора любой марки.

Воздух, сжатый под давлением $5{,}07 \cdot 10^5$—$6{,}08 \cdot 10^5$ Па (5—6 кгс/см^2).

Ацетилен в баллонах.

Бутан-пропан в баллонах.

Шкаф сушильный.

Весы лабораторные.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919, покрытая кварцевой пластинкой.

Посуда фторопластовая или кварцевая (чашки, стаканы, крышки и др.).

Стаканы стеклянные.

Пипетки по НТД, вместимостью 1, 2, 5 и 10 см^3.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 50, 100, 250, 500 и 1000 см^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дважды перегнанная в кварцевом аппарате или очищенная на ионнообменной колонке.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 2,7 М.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125, растворы 1:3 и 1:6.

Свинцово-сурьмянистые сплавы марки ССуА или УС по ГОСТ 1292, чистый по натрию.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, марки не ниже ч. д. а.

Стандартные растворы натрия.

Раствор А, содержащий 1 мг/см^3 натрия: хлористый натрий просушивают в сушильном шкафу 1 ч при температуре примерно 100 °С, затем помещают в эксикатор. Из остывшего порошка хлористого натрия берут навеску массой 2,5421 г, помещают в стеклянный стакан, растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до объема дистиллированной водой и перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 100 мкг натрия.

Раствор В: 10 см^3 раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до объема дистиллированной водой и перемешивают. 1 см^3 раствора В содержит 10 мкг натрия.

Раствор Г: 10 см^3 раствора В переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до объема дистиллированной водой и перемешивают 1 см^3 раствора Г содержит 1 мкг натрия.

Растворы для построения градуировочного графика, содержащие 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5 и 10 мкг/см^3 натрия, готовят из стандартных растворов Б, В и Г согласно таблице.

Содержание натрия в растворе для построения градуировочного графика, мкг/см^3	Количество стандартного раствора, см^3			Объем раствора для построения градуировочного графика, см^3
	Б	В	Г	
0,1	—	—	5	50
0,2	—	—	10	50
0,5	—	2,5	—	50
1	—	5	—	50
2	2	—	—	100
5	5	—	—	100
10	10	—	—	100

При анализе проб свинца марок ССу, ССуМ, ССуМ1, ССуМ2, ССуМ3, ССуМТ, ССуМО и ССуА (при содержании в нем сурьмы до 4 %) по ГОСТ 1292 растворы для построения градуировочного графика готовят на основе дистиллированной воды.

При анализе проб свинца марок ССуА и УС (с содержанием сурьмы более 4 %) растворы для построения градуировочного графика готовят на основе дистиллированной воды в том случае, когда измерение анализируемых проб на натрий производится со сканированием линии натрия, т. е. с учетом фона. При отсутствии сканирования растворы для построения градуировочного графика и для указанных выше марок свинца готовят на основе свинцово-сурьмянистого сплава, при этом содержание сурьмы в растворах для построения градуировочного графика и анализируемых пробах должно быть примерно одинаковым.

Основу для растворов для построения градуировочного графика готовят в один прием. Количество кислоты при этом должно быть пропорционально количеству кислоты, необходимому для растворения 5 г свинца. Содержание натрия в пробе, используемой для приготовления основы, определяют по водным растворам для построения градуировочного графика с учетом фона, измеренного вблизи линии натрия. Линия натрия сдвигается вручную. Найденное содержание натрия учитывают при подготовке растворов для построения градуировочного графика.

В эти же колбы вместимостью 50 см^3 (100 см^3) добавляют по 5 см^3 (10 см^3) раствора азотной кислоты 1:6, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и переливают в нестеклянную посуду (фторопластовую, кварцевую).

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Проба свинцово-сурьмянистого сплава поступает на анализ в виде стержней диаметром 7—10 мм, длиной 70—100 мм или стружки. В первом случае пробу отрезают резаком. Кусочек пробы или часть стружек (около 5 г) взвешивают на аналитических весах и записывают точную массу пробы для дальнейших расчетов. Затем снимают загрязненную часть поверхности промыванием пробы в течение 30 с в азотной кислоте, разбавленной 1:3, для пробы в виде кусочка и 1:6 для пробы в виде стружек.

Процедуру очистки пробы проводят следующим образом: пробу помещают в кварцевую чашку, наливают раствор кислоты так, чтобы он закрывал пробу. Через 30 с раствор кислоты сливают и пробу промывают дистиллированной водой из промывалки, держа чашку наклонно. Затем пробу переносят во фторопластовый стакан или оставляют в кварцевой чашке; наливают 12 см^3 раствора винной кислоты и 35 см^3 разбавленной 1:3 азотной кислоты, закрывают крышкой и нагревают на плитке, покрытой кварцевой пластинкой, до полного разложения пробы. Разложенную пробу переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и часть ее переливают во фторопластовую или кварцевую посуду. При разложении проводят контрольный опыт. Анализируемые пробы и раствор для построения градуировочного графика распыляют в пламя и измеряют интенсивность излучения линии натрия на любом из указанных выше приборов в эмиссионном варианте.

Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором и горючим газом При измерении применяют метод «ограничивающих растворов», что означает получение отсчетов для раствора пробы и двух растворов для построения градуировочного графика, один из которых дает больший, а другой меньший отсчет по сравнению с отсчетом для раствора пробы. На бумажной ленте записывают по два пика при измерении каждой пробы или раствора для построения градуировочного графика.

Разд. 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Длину пиков измеряют линейкой в миллиметрах, строят градуировочный график в координатах: концентрация натрия в растворе C в мкг/см^3 — длина пиков L в мм. Если измерение проводят без самописца по стрелочному прибору, то градуировочный график строят в координатах: концентрация натрия в растворе C в мкг/см^3 — N показания стрелочного прибора. При расчете необходимо учесть контрольную пробу, если содержание натрия в ней сравнимо с содержанием натрия в пробе. Содержание натрия в контрольной пробе определяют по графику, построенному по растворам для построения градуировочного графика на основе дистиллированной воды, измеренным вместе с контрольной пробой.

Массовую долю натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — количество натрия, найденное по градуировочному графику, мкг/см^3;

V — объем пробы, см^3;

m_1 — масса навески, мг;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов на микрограммы.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать $0{,}2\bar{x}$, где $\bar{x}$ — среднее арифметическое параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. Требования безопасности — по ГОСТ 1293.0 со следующими дополнениями.

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

5.1.2. 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 концентрации, горелка атомно-абсорбционного спектрофотометра должна находиться внутри вытяжного устройства, оборудованного защитным экраном.

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Р.Д. Коган, А.М. Нуштаева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.10.78 № 2692**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 1293.6—67**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 1292—81	2
ГОСТ 1293.0—83	1.1, 5.1
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 5817—77	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 11125—84	2
ГОСТ 14919—83	2
ГОСТ 25086—87	1.1
ГОСТ 25336—82	2

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (октябрь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1983 г., ноябре 1987 г. (ИУС 4—84, 2—88)**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 19.10.99. Подписано в печать 02.12.99. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,65. Тираж 110 экз. С4020. Зак. 963.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru