

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАТРИЯ И КАЛИЯ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
М и н с к

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Госстандартом Украины

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 3—93 от 17 02 93)

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 02 96 № 79 межгосударственный стандарт ГОСТ 851 8—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г

4 ВЗАМЕН ГОСТ 851 8—87

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Спектральный метод определения натрия и калия

Primary magnesium

Spectral method for determination of sodium and potassium

ОКСТУ 1709

ОКС 77.100

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения натрия и калия в первичном магнии.

Метод позволяет определять массовые доли натрия и калия от 0,001 % до 0,02 % каждого.

Основан на возбуждении атомов натрия и калия в пламени или в высокочастотной индукционной плазме, измерении интенсивности аналитических сигналов и определении массовой доли элементов с помощью градуировочных характеристик.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Пламенный спектрофотометр или фотометр, обеспечивающий выделение резонансных линий натрия и калия.

Плазменный атомно-эмиссионный спектрометр PS-4 фирмы «BAIRD», или аналогичные приборы.

Ацетилен — по ГОСТ 5457, очищенный серной кислотой.

Пропан-бутан — по ГОСТ 20448.

Природный газ.

Аргон — по ГОСТ 10157.

Вода дистиллированная — по ГОСТ 6709.

Кислота соляная — по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Натрий хлористый — по ГОСТ 4233.

Калий хлористый — по ГОСТ 4234.

Магний металлический марки Mg95 по ДСТУ 2187 с массовой долей натрия и калия менее 0,001 %.

Стандартные растворы натрия и калия:

Раствор А: 0,635 г хлористого натрия и 0,477 г хлористого калия, предварительно высушенных при температуре 378—388 К, растворяют в 50 см³ воды, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают: годен к применению в течение 6 мес.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

1 см³ раствора А содержит по 2,5 мг натрия и калия.

Раствор Б: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит по 0,0125 мг натрия и калия.

Раствор хлористого магния.

100 г магния помещают в кварцевый стакан вместимостью 2000 см³, доливают 50 см³ воды и осторожно, небольшими порциями добавляют раствор соляной кислоты до полного растворения магния (расходуется около 1600 см³ раствора соляной кислоты). Затем раствор выпаривают до получения влажных солей, образовавшийся осадок растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 2000 см³, доливают водой до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

1 см³ раствора содержит 0,05 г магния.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску массой 2,5 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, доливают 10 см³ воды и осторожно, небольшими порциями добавляют

40 см³ раствора соляной кислоты. После полного растворения навески раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают, далее поступают, как указано в п. 3.3 и 3.4.

3.2. Для построения градуировочных графиков в восемь мерных колб вместимостью 100 см³ помещают по 50 см³ раствора магния. В семь колб из восьми приливают 2,0; 4,0; 6,0; 10,0; 20,0; 30,0; 40,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,001; 0,002; 0,003; 0,005; 0,010; 0,015 и 0,020 массовых долей натрия и калия в процентах. Все колбы доливают до метки водой и перемешивают. Раствор восьмой колбы служит раствором контрольного опыта.

3.3. Растворы, с помощью сжатого воздуха, в виде мелкой взвеси — аэрозоля подают в пламя горелки пламенного спектрофотометра и фотометрируют, вначале в порядке возрастания массовой доли натрия и калия, а затем в обратной последовательности, распыляя после каждого определения воду.

3.4. При выполнении анализа на плазменном спектрометре растворы в порядке, указанном в п. 3.3, подают в индукционную плазму с помощью аргона. Измеряют при следующих условиях возбуждения и регистрации спектров: выходная мощность высокочастотного генератора — (1,2—1,3) кВт; расход аргона, транспортирующего аэрозоль, — 0,7 дм³/мин; плазмообразующего — 12,0 дм³/мин; время интегрирования — 3 с; количество интеграций — 5; высота наблюдения — 16 мм над верхним краем плазменной горелки.

Длина волн аналитических линий, нм:

натрия — 589,59;

калия — 766,40.

3.5. По полученным, из двух параллельных определений, средним арифметическим значениям интенсивности спектральных линий для каждого раствора и соответствующим им массовым долям натрия и калия строят градуировочные графики.

Построение градуировочного графика производят перед каждым проведением анализа.

3.6. Допускается использование других аналитических линий, режимов возбуждения и регистрации спектров, а также изменение процедуры пробоподготовки по п. 3.1 с целью концентрирования пробы при условии получения метрологических характеристик, отвечающих требованиям настоящего стандарта.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Массовую долю натрия (X_1) или калия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{1,2} = C_1 - C_2,$$

где C_1 — массовая доля натрия или калия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, %;

C_2 — массовая доля натрия или калия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, %.

4.2. Нормы точности результатов анализа

Расхождения между результатами параллельных определений (d_2) и результатами двух анализов, выполненных в различных условиях (D) не должны превышать (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1. При этом погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности 0,95) не превышает предела Δ , приведенного в таблице 1.

Т а б л и ц а 1

| Элемент | Массовая доля, % | Характеристика погрешности определений, % | | |
|---------|--------------------------|---|--------|----------|
| | | d_2 | D | Δ |
| Натрий | От 0,001 до 0,002 включ. | 0,0004 | 0,0006 | 0,0005 |
| Калий | Св. 0,002 » 0,004 » | 0,0008 | 0,0012 | 0,0010 |
| | » 0,004 » 0,008 » | 0,0010 | 0,0015 | 0,0012 |
| | » 0,008 » 0,020 » | 0,0020 | 0,0030 | 0,0020 |
| | | | | |

4.3. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор А или Б.

Для контроля точности результатов анализа могут быть использованы государственные стандартные образцы в соответствии с ГОСТ 8.315.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|-------------------------|
| ГОСТ 8.315—91 | 4.3 |
| ДСТУ 2187—79 | 2 |
| ГОСТ 4233—77 | 2 |
| ГОСТ 4234—77 | 2 |
| ГОСТ 5457—75 | 2 |
| ГОСТ 6709—72 | 2 |
| ГОСТ 10157—79 | 2 |
| ГОСТ 14261—77 | 2 |
| ГОСТ 20448—90 | 2 |
| ГОСТ 25086—87 | 1.1; 4.3 |