

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

Издание официальное

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 № 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

© 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

Метод определения свинца

Primary magnesium.
Method for determination of lead

ОКСТУ 1709

ОКС 77 100

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 мкм³.

Аргон — по ГОСТ 10157.

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

Кислота аскорбиновая по государственной фармакопее Х.

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 см³ раствора азотной кислоты при нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мкг свинца.

Раствор Б: 1 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 1 мкг свинца.

Раствор В: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора В содержит 4 мкг свинца.

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 производят 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).

Т а б л и ц а 1

Массовая доля свинца, %	Объем мерной колбы, см ³	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. табл. 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.

Микрошприцом 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 производят 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 п. 3.1.

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

Измерение атомной абсорбции свинца производят в режиме по п. 3.1.

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

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

Т а б л и ц а 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
ГОСТ 8 315—91	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 10157—79	2
ГОСТ 11125—84	2
ГОСТ 25086—87	1 1, 4 3
ТУ 6—09—1490—85	2
Государственная фармакопея X	2