



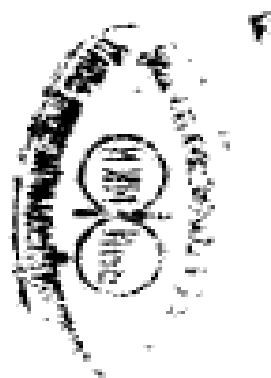
**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

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**

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

СВИНЕЦ

Атомно-абсорбционный метод анализа

Lead. Atomic-absorption method of analysis

ОКСТУ 1709

ГОСТ

26880.1-86

[СТ СЭВ 5010-85 —
СТ СЭВ 5013-85]Взамен
ГОСТ 20580.10-78,
ГОСТ 20580.11-78

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

с 01.01.87.
до 01.01.92.

Насоблюдение 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 $2 \cdot 10^{-1}$	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	} $3 \cdot 10^{-4}$
цинка	} $5 \cdot 10^{-4}$	олова	
железа		мышьяка	
магния			
кальция			

Раствор свинца:

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

из азотнокислого свинца: в стакане вместимостью 400 см^3 растворяют 40,0 г азотнокислого свинца в 150 см^3 воды, прибавляют 5 см^3 азотной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 , доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 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 см^3 раствора азотной кислоты (1:3) при нагревании. Раствор охлаждают, добавляют 50 мг азотнокислой закисной ртути, 5 см^3

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 $(600 \pm 25)^\circ \text{C}$ 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 $(100 \pm 5)^\circ \text{C}$ 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 мкг/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 серебра в градуировочном растворе, мг/л	Количество стандартного раствора с массовой концентрацией в мг/см ³ , требуемое для приготовления градуировочных растворов, см ³																					
	Серебро		Медь		Цинк		Висмут		Мышьяк		Олово		Сурьма		Железо		Кальций		Магний			
	1	10	100	10	100	10	100	10	100	100	1000	150	1000	100	1000	10	100	10	100	10	100	
0,05	5,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,1	10,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,2	—	1,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,4	—	2,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,6	—	4,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,8	—	6,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
1,0	—	8,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2,0	—	10,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
4,0	—	—	2,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
5,0	—	—	4,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
6,0	—	—	5,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
8,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
10,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
20,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
30,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
40,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

Приготовление градуировочных растворов (метод с обогащением)

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

раствор. В этот раствор вносят все реактивы, вводимые в градуировочные растворы, кроме стандартного раствора. Объем контрольного и каждого градуировочного раствора равен 100 см^3 . Во все колбы добавляют по 5 см^3 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 $5,0\text{ мкг/см}^3$; для железа и цинка — от $2,0$ до $10,0\text{ мкг/см}^3$.

Градуировочные растворы, содержащие менее 1 мкг/см^3 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 см^3 . Во все колбы добавляют по 5 см^3 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 $(1,000 \pm 0,100)$ до $(4,000 \pm 0,100)$ г для меди, серебра, висмута, олова, железа и кальция и от $(1,000 \pm 0,100)$ до $(2,000 \pm 0,100)$ г для цинка, магния, сурьмы и мышьяка в зависимости от концентрации определяемых элементов помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и очищают загрязненную часть поверхности промыванием в течение 30 с 10 см^3 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, $20\text{—}40\text{ см}^3$ раствора азотной кислоты (1:3), закрывают крышкой и разлагают при нагревании. Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 20 см^3 воды, 5 см^3 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 $(40,000 \pm 0,200)$ г при массовой доле определяемых примесей от $3 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$ и $(20,000 \pm 0,200)$ 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 ($\sim 80^\circ \text{C}$) 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 см^3 раствора переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 , добавляют 1 см^3 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 $(10,000 \pm 0,200)$ г нарезают кусочками массой по $50—500 \text{ мг}$, если проба представлена большим куском, помещают в термостойкий стакан вместимостью $400—500 \text{ см}^3$ (на стакане предварительно делают метку до 100 см^3) и очищают загрязненную часть поверхности промыванием в течение 30 с 20 см^3 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 см^3 раствора азотной кислоты (1:2) при нагревании. Раствор доводят до кипения, прибавляют 60 см^3 кипящей ($\sim 80^\circ \text{C}$) азотной кислоты. Кислоту добавляют постепенно при интенсивном перемешивании раствора стеклянной палочкой. При этом выпадает осадок нитрата свинца.

Раствор упаривают до объема 100 см^3 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 см^3 , тщательно перемешивая, и отбрасывают. Промывной раствор после отстаивания декантируют в кварцевую чашку или фторопластовый стакан с основным раствором и упаривают досуха. Затем приливают 10 см^3 воды, 2 см^3 азотной кислоты, подогревают до растворения солей, добавляют $10—15 \text{ мг}$ азотнокислой закисной ртути и переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 . 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 см^3 , увеличивая объем азотной кислоты до 5 см^3 .

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/см³ 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/см³;

a_0 — содержание определяемого элемента в растворе контрольного опыта, мкг/см³;

m — масса пробы, мг;

V — объем раствора пробы, см³;

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 допустимого расхождения, рассчитанного по формуле

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

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

$$d = 2,77 \cdot S_{r\bar{x}} \cdot \bar{X},$$

где $S_{r\bar{x}}$ и $S_{r\bar{y}}$ — относительное среднее квадратическое отклонение сходимости и воспроизводимости соответственно;
 \bar{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
Висмут	> 0,03 > 0,20	0,025	0,03
	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
Кальций, магний Железо	> 0,01 > 0,02	0,025	0,03
	От 0,0005 до 0,0200	0,04	0,05
	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», $(600 \pm 25)^\circ\text{C}$ на $(700 \pm 25)^\circ\text{C}$;

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/дм³».

(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 «слова» 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».

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: «градунровочные 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/м³): 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 NO₂) 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 (NO₂), пятиокись азота (N₂O₅) 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/дм³), 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 удушье вследствие вытеснения кислорода из легких.

При работе со свинцом, азотной, фтористоводородной и винной кислотами, азотнокислой закисью ртути 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)

(Продолжение изменения к ГОСТ 26880.1—86)

растворов с содержанием определяемого элемента $6,0 \text{ мкг/см}^3$ графу 100 см^3 дополнить значением: $6,0$.

графы «Медь», «Цинк», «Железо» с содержанием определяемого элемента $15,0 \text{ мкг/см}^3$ дополнить значением: $15,0$;

графу «Медь» с содержанием определяемого элемента $20,0 \text{ мкг/см}^3$ дополнить значением: $20,0$.

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

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

Пункт 5.1.3. Заменить значение: $(10,000 \pm 0,200)$ на $(10,000 \pm 1,000)$.

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 трёх результатов параллельных определений не должно превышать значения, рассчитанного по формуле

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

а наибольшее расхождение двух результатов анализа одной пробы, полученных в одной лаборатории, не должно превышать значения, рассчитанного по формуле

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

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

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

(ИУС № 10 1991 г.)

Редиктор М. В. Александрович

Технический редактор М. А. Александрович

Корректор Г. А. Александрович

Сдано в набор 19.09.88. Подп. в печать 20.09.88. 1,95 гал. л. в 1,95 гал. кв. см. 1,95 гал. л. в 1,95 гал. кв. см. Цена 5 руб.

Список «Список» Государственного университета, 123456, Москва, СССР. Государственный деп. 1
Тех. редактор Александрович, Москва, Страна, 12.09.88