



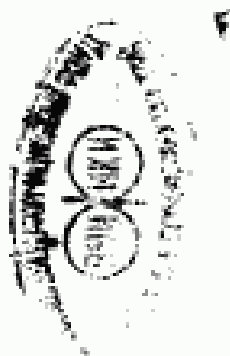
**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

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 Миннистерством
ИСПОЛНИТЕЛИ .

Г. И. Ивзмов, Р. Д.

ВНЕСЕНЫ Миннистерством

Член Коллегии А. П.

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ
СТВЕННОГО КОМИТЕТА
№ 1072, 1073

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 $2 \cdot 10^{-1}$	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

2—2217

1

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 ком-

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 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 стакане¹ 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 $(600 \pm 25)^\circ \text{C}$ 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 элемента в градуировочном растворе, мкг/см ³		Количество стандартного раствора с массовой концентрацией в мкг/см ³ , требуемое для приготовления градуировочных растворов, см ³																				
		Серебро		Медь		Цинк		Висмут		Мышьяк		Олово		Сурьма		Железо		Кальций		Магний		
1	2	10	100	10	100	10	100	10	100	100	1000	100	1000	100	1000	10	100	10	100	10	100	
5,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
10,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,1	—	1,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,2	—	2,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,4	—	4,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,6	—	6,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,8	—	8,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
1,0	—	10,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2,0	—	—	2,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
4,0	—	—	4,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
5,0	—	—	5,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
6,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
8,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
10,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
15,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
20,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
30,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
40,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

Таблица 2

Приготовление градуировочных растворов (метод с обогащением)

Содержание свинца в градуировочных растворах, мкг/см ³	Количество стандартного раствора с массовой концентрацией в мкг/см ³ , применяемое для приготовления градуировочных растворов, см ³																
	Серебро		Медь		Цинк		Висмут		Мышьяк		Олово		Сурьма		Железо		
	10	100	100	100	100	100	100	100	100	1000	100	1000	100	1000	100	1000	
0,5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
1,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
4,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
5,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
6,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
8,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
10,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
15,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
20,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
30,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
40,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
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 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 стеклоглассера, 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 $(40,000 \pm 0,200)$ 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 $50\text{--}500$ мг, если проба представлена большим куском, помещают в термостойкий стакан вместимостью $400\text{--}500 \text{ см}^3$ (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 $10\text{--}15$ 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/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

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

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 $S_{r\bar{z}}$ — 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
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
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	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	От 0,0005 до 0,0200	0,04	0,05
	Св. 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 лиза

Утверждено и введено в действие
СССР по стандартам от 24.04.87 № 1

На обложке и первой странице
ниями: СТ СЭВ 5509—86, СТ СЭВ 5

Вводная часть. Заменить верхнюю
ния и кальция: $2 \cdot 10^{-2}$ на $5 \cdot 10^{-2}$;

четвертый абзац дополнить слова:

Раздел 3 после слов «по ГОСТ
по ГОСТ 4520—78»;

заменить слова: «Магния окись
ский по ГОСТ 804—72 или магния ок

стандартный раствор магния. З
ния или 1,6583 г», (600 ± 25) °С на (7

дополнить абзацами: «Калый хл
лей кальция и магния не более 0,
40 г/дм³.

Цезий хлористый особой чистоты — не менее 0,001 и 0,0005 % соответственно.

Пункт 4.1 дополнить абзацем для определения кальция и магния: «вора хлористого калия или хлористого магния закись азота—ацетилен. В г по 50 мг азотнокислой закисной ил».

Таблица 1. Графы кальций и магний в растворах 100 см³ с содержанием: 5,0.

Пункт 4.2 дополнить абзацем: «в г по 50 мг азотнокислой закисной ил».

Пункты 5.1—5.1.3. По всему тексту заменить: «или окисной» (3 раза).

Пункт 5.1.1. Первый абзац после «раствора хлористого калия или хлористого магния проводят в пламени закись азота—ацетилен».

Пункт 5.2. Первый абзац после «кальция, магния»; после слова «олова».

Пункт 6.2. Таблица 3. Заменить в графах «Кальций, магний»: «до 0,0200».

(ИУ)

Изменение № 2 ГОСТ 26880.1—86 Свинец. Атомно-абсорбционный метод
 Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 17.07.91 № 1261

Дата введения

По всему тексту стандарта заменить слова: «градуйровочные растворы» «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 используются реактивы и материалы, оказывающие вредное действие на организм человека: свинец, азотная, фтористоводородная и винная кислоты, азотная закисная ртуть, ацетилен, закись азота, предельно допустимые концентрации которых в рабочей зоне производственных помещений составляют (в мг/м³): 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 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 ожоги, разбавленные растворы могут быть причиной экземы. Опасен туман, содержащий двуокись азота (NO₂), пентокись азота (N₂O₅) и азотную кислоту, 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 в органах пищеварения и дыхания, сердечно-сосудистой системы, а также изменения в составе крови. Фтористоводородная кислота при попадании действует на кожу, вызывая дерматиты и язвы;

винная кислота действует раздражающе на слизистые оболочки и кожу;

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

(Продолжение см. с. 10)

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

ацетилен и закись азота вызывают удушье вследствие вытеснения воздуха из легких.

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

При использовании и эксплуатации сжатых, сжиженных и растворенных в процессе анализа следует соблюдать правила устройства и безопасности аппаратуры, 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 проводить по методическим указаниям, утвержденным Минздравом СССР, 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 «Содержание определяемого элемента».

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 10 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 растворов с содержанием определяемого элемента 1,0 мкг/см³ графу 100 см³ дополнить значением: 1,0.

(Продолжение)

растворов с содержанием от
полнить значением: 6,0.

графы «Медь», «Цинк»
15,0 мкг/см³ дополнить знач
графу «Медь» с содер
нить значением: 20,0.

Пункт 5.1.1. Заменить
(4,000±0,100) на (4,000±0,

Пункт 5.1.2. Заменить
(20,000±0,200) на (20,000±

Пункт 5.1.3. Заменить з

Пункт 6.1. Заменить с
(3 раза).

Пункт 6.2. Первый из большего и наименьшего должно превышать значение

а наибольшее расхождение одной лаборатории, не д

где $S_{гс,к}$ и $S_{гб}$ — относительные стандартные отклонения и воспроизводимости соот

\bar{X} — среднее арифметическое значение анализов».

ГОСТ 26880.1-86. 190
Тор. 19000

Ордене св. 190
Т