

**РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКСИДЫ****Методы определения натрия, калия и кальция**

Rare-earth metals and their oxides.

Methods of determination of sodium potassium, calcium

**ГОСТ**  
**23862.6—79**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3988 срок действия установлен

с 01.01.1981 г.  
до 01.01.1986 г.

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает эмиссионный и атомно-абсорбционный методы пламенной фотометрии определения натрия, калия и кальция (при массовой доле каждого от  $5 \cdot 10^{-4}$  до  $5 \cdot 10^{-2}\%$ ) в редкоземельных металлах и их оксидах (кроме церия и его двуокиси).

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 23862.0—79.

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Спектрофотометр пламенный на основе спектрографа ИСП-51 с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1.

Фотоумножители типа ФЭУ-17 и ФЭУ-22.

Горелка, обеспечивающая ламинарное пламя.

Распылитель пневматический.

Спектрофотометр Перкин—Элмер 300 или СФПА-4А.

Лампа полого катода (ЛПК) на натрий или лампа высокочастотная типа ВСБ-2 на натрий.

Лампа полого катода (ЛПК) на калий или лампа высокочастотная типа ВСБ-2 на калий.

Лампа полого катода (ЛПК) на кальций.

Манометры по ГОСТ 8625—77.

Ротаметр типа РС-3А.

Колбы мерные вместимостью 50 и 1000 мл.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 50, 100 мл.

Ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457—75.

Вода деионизованная.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х.ч.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х.ч.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76, х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х.ч., разбавленная 1:1.

Стандартный раствор натрия, содержащий 1 мг/мл натрия: 2,542 г хлористого натрия, предварительно высушенного до постоянной массы при 100—110°C, помещают в стакан вместимостью 100 мл, растворяют в 10 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доводят водой до метки и перемешивают.

Растворы натрия (рабочие), содержащие  $5 \cdot 10^{-4}$ ,  $1 \cdot 10^{-3}$ ,  $2 \cdot 10^{-3}$ ,  $6 \cdot 10^{-3}$  и  $1 \cdot 10^{-2}$  мг/мл натрия, готовят последовательным разбавлением стандартного раствора натрия водой.

Стандартный раствор калия, содержащий 1 мг/мл калия: 1,91 г хлористого калия, предварительно высушенного до постоянной массы при 100—110°C, помещают в стакан вместимостью 100 мл, растворяют в 10 мл соляной кислоты (1:1), переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доводят водой до метки и перемешивают.

Растворы калия (рабочие), содержащие по  $5 \cdot 10^{-4}$ ,  $1 \cdot 10^{-3}$ ,  $2 \cdot 10^{-3}$ ,  $6 \cdot 10^{-3}$  и  $1 \cdot 10^{-2}$  мг/мл калия и натрия, готовят последовательным разбавлением стандартного раствора калия водой с добавлением в каждый рабочий раствор калия соответствующего количества растворов натрия.

Стандартный раствор кальция, содержащий 1 мг/мл кальция: 2,497 г углекислого кальция, предварительно высушенного до постоянной массы при 100—110°C, помещают в стакан вместимостью 100 мл, смачивают водой, приливают 10 мл соляной кислоты (1:1), растворяют. Раствор из стакана переносят в мерную колбу на 1000 мл, доводят водой до метки, перемешивают.

Растворы кальция (рабочие), содержащие  $5 \cdot 10^{-4}$ ,  $1 \cdot 10^{-3}$ ,  $2 \cdot 10^{-3}$ ,  $5 \cdot 10^{-3}$ ,  $1 \cdot 10^{-2}$  мг/мл кальция, готовят последовательным разбавлением стандартного раствора кальция водой.

Все исходные растворы, а также воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

#### 3.1. Метод пламенной фотометрии

Метод эмиссионной пламенной фотометрии основан на возбуждении эмиссионного спектра проб в воздушно-ацетиленовом пла-

мени и фотоэлектрической регистрации резонансных линий натрия, калия и кальция.

Содержание натрия, калия и кальция находят методом добавок.

3.1.1. Навеску анализируемой пробы массой 1 г (при массовой доле натрия, калия, кальция от  $5 \cdot 10^{-3}$  до  $5 \cdot 10^{-2}\%$ ) помещают в стакан вместимостью 50 мл, смачивают водой, перемешивают, приливают 10 мл соляной кислоты, нагревают при  $60-70^\circ\text{C}$  до полного растворения, упаривают до объема 3—4 мл, охлаждают. Раствор из стакана переносят в мерную колбу на 50 мл, доводят водой до метки, перемешивают. Одновременно готовят раствор контрольного опыта, проводя его через все стадии анализа.

3.1.2. Три навески анализируемой пробы массой по 2 г (при массовой доле натрия, калия, кальция от  $5 \cdot 10^{-4}$  до  $5 \cdot 10^{-3}\%$ ) помещают в стаканы вместимостью 50 мл, смачивают водой, перемешивают. В два стакана вводят добавки рабочих растворов натрия, калия, кальция: в первый — примерно равную предполагаемому содержанию определяемых элементов в пробе, во второй стакан — в два раза больше. К содержимому стаканов приливают по 10 мл соляной кислоты, нагревают при  $60-70^\circ\text{C}$  до полного растворения, упаривают до объема 3—4 мл, охлаждают. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 мл, доводят водой до метки. Одновременно готовят раствор контрольного опыта, проводя его через все стадии анализа.

### 3.1.3. Возбуждение спектров

Раствор пробы, контрольного опыта и рабочие растворы последовательно (в порядке возрастания содержания определяемого элемента) вводят в воздушно-ацетиленовое пламя горелки. Процедуру повторяют дважды.

3.1.4. Давление воздуха  $1,7 \cdot 10^{-5}$  Па, расход ацетилена 40—50 л/ч (фиксируется по шкале ротаметра РС-3А). При определении натрия (длина волны аналитической линии  $\lambda = 589,0-589,6$  нм) и кальция ( $\lambda = 422,6$  нм) применяют фотоумножитель ФЭУ-17, при определении калия ( $\lambda = 766,5$  нм) — ФЭУ-22. Ширины входной и выходной щелей прибора при определении натрия 0,020—0,025 мм, калия и кальция 0,040—0,045 мм. На регистрограмме измеряют высоту пика аналитической линии определяемого элемента.

## 3.2. Метод атомной абсорбции

Метод атомной абсорбции основан на атомизации пробы в воздушно-ацетиленовом пламени и фотоэлектрической регистрации поглощения резонансных линий натрия, калия и кальция.

Содержание натрия, калия и кальция находят методом добавок.

3.2.1. Разложение пробы и возбуждение спектра проводят как указано в пп. 3.1.1; 3.1.2; 3.1.3.

3.2.2. Анализ проводят на спектрофотометре Перкин—Элмер 300 или спектрофотометре СФПА-4А с однощелевой насадкой 10 см. Ширина щели прибора Перкин — Элмер для натрия и калия 0,3 мм, для кальция 1 мм.

Ширина щели прибора СФПА-4А для натрия и калия 0,040 мм, для кальция 0,080 мм.

Расход воздуха 16 л/мин, расход ацетилена 3,3 л/мин.

Снимают показания цифрового вольтметра или миллиамперметра (значения оптических плотностей) на длине волны аналитической линии определяемого элемента (см. п. 3.1.3).

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю определяемой примеси в пробе в диапазоне  $5 \cdot 10^{-3}$ — $5 \cdot 10^{-2}$ % находят по методу ограничивающих растворов. Концентрация определяемого элемента в одном из рабочих растворов должна быть меньше, а в другом больше чем в пробе.

Массовую долю натрия, калия, кальция ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \left[ C_1 + \frac{(C_2 - C_1)(A - A_1)}{A_2 - A_1} \right] \cdot \frac{5}{m},$$

где  $C_1$  и  $C_2$  — содержание определяемого элемента в рабочих растворах, мг/мл ( $C_2 > C_1$ );

$A, A_1, A_2$  — средние значения высоты пика или оптической плотности аналитической линии определяемого элемента для пробы и рабочих растворов соответственно;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, проведенных из отдельных навесок.

4.2. Массовую долю натрия, калия, кальция в пробе (в диапазоне  $5 \cdot 10^{-4}$ — $5 \cdot 10^{-3}$ %) находят по методу добавок.

Массовую долю натрия, калия, кальция ( $X_1$ ) в процентах определяют как среднее арифметическое результатов ( $X_1, X_2$ ), вычисленных по двум добавкам.

$$X_1 = \frac{C_1 \cdot A}{A_1 - A} \quad X_2 = \frac{C_2 \cdot A}{A_2 - A}; \quad X = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

где  $C_1$  и  $C_2$  — величины первой и второй добавок определяемого элемента, %;

$X_1$  и  $X_2$  — массовая доля определяемого элемента, вычисленная по первой и второй добавкам, соответственно, %;

$A, A_1, A_2$  — значения высоты пика или оптической плотности определяемого элемента для пробы, пробы с первой добавкой и пробы со второй добавкой, соответственно.

4.3. Расхождения результатов двух параллельных определений или двух анализов не должны превышать величин допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля натрия, калия, кальция, %	Допускаемые расхождения, %
$5 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-4}$
$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$
$5 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$

енение № 2 ГОСТ 23862.6—79 Редкоземельные металлы и их окиси. Методы деления натрия, калия и кальция

рждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета Р по управлению качеством продукции и стандартам от 17.05.90 № 1203

Дата введения 01.01.91

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Установка для воз-  
дения и регистрации спектров излучения, включающая горелку-распылитель,  
печивающую ламинарное пламя, монохроматор, предназначенный для полу-  
я монохроматического излучения в диапазоне длин волн от 400 до 800 нм.  
электронный умножитель (типа ФЭУ-100), фотоэлектронная приставка  
а ФЭП-4)»;  
второй—четвертый, одиннадцатый абзацы исключить.

Пункт 3.1.4. Первый абзац изложить в новой редакции: «Давление воздуха  
 $1,7 \cdot 10^5$  Па, расход ацетилена 40—50 дм<sup>3</sup>/ч (фиксируется по шкале ротаметра  
РС—3А). Натрий определяют при длине волны аналитической линии  
 $\lambda = 589,0—589,6$  нм, кальций при  $\lambda = 422,6$  нм. Ширина входной и выходной ше-  
лей прибора при определении натрия, калия и кальция 0,03—0,04 мм»;

второй абзац. Заменить значения и слово: 0,05 м<sup>3</sup>/ч на 0,05—0,06 м<sup>3</sup>/ч,  
960—1200 В на 500—1000 В; «кальция» на «определяемого элемента».

Пункт 4.1. Второй абзац. Формулу X изложить в новой редакции:

$$X = \left[ C_1 + \frac{(C_2 - C_1)(A - A_1)}{A_2 - A_1} \right] \cdot \frac{V}{10 \cdot m} ;$$

экспликацию дополнить абзацем: «V — объем анализируемого раствора,  
см<sup>3</sup>».

(ИУС № 8 1990 г.)