

## ЛИТИЙ

Метод определения натрия, калия и кальция

ГОСТ

Lithium.

8775.2—87

Method for determination of sodium, potassium  
and calcium

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.88  
до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения примесей натрия, калия и кальция (при массовой доле натрия от 0,003 до 0,2 %, калия от 0,001 до 0,02 %, кальция от 0,005 до 0,05 %) в литии.

Метод основан на возбуждении в воздушно-ацетиленовом пламени эмиссионного спектра натрия, калия и кальция и фотоэлектрической регистрации интенсивностей аналитических линий натрия, калия и кальция.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 8775.0—87.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрофотометр пламенный типа С-115 или другого типа с такими же или лучшими метрологическими характеристиками.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Стаканы кварцевые по ГОСТ 19908—80.

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, ос. ч., или по ГОСТ 3118—77, перегнанная в кварцевом аппарате.

Метиловый красный индикатор 0,1 %-ный спиртовой раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

12

44г-95  
38

- Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.
- Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.
- Стронций азотнокислый по ГОСТ 5429—74.
- Литий углекислый, ос. ч.
- Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20298—74.
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, дважды перегнанная.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление растворов для градуировки и контроля

#### 3.1.1. Приготовление 10 %-ного раствора стронция

242,0 г азотнокислого стронция взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

#### 3.1.2. Приготовление раствора основы 1 %-ного раствора лития

106,5 г углекислого лития взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, помещают в стакан вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, приливают 200—300 см<sup>3</sup> воды, добавляют две-три капли индикатора и приливают соляную кислоту до кислой реакции. Охлажденный до комнатной температуры раствор переносят в мерную колбу вместимостью 2 дм<sup>3</sup>, доводят раствор водой до метки и перемешивают.

3.1.3. В растворах основы и стронция определяют концентрацию натрия, калия и кальция.

Для этого фотометрируют одновременно растворы для градуировки и основу; по результатам фотометрирования строят градуировочные графики.

Концентрацию натрия, калия и кальция в основе определяют линейной интерполяцией.

Концентрация каждой определяемой примеси в растворе основы не должна превышать 0,0002 г/дм<sup>3</sup>, в растворе стронция — 0,001 г/дм<sup>3</sup>.

#### 3.1.4. Приготовление исходного раствора для градуировки

0,0165 г хлористого натрия, 0,7627 г хлористого калия, 0,9987 г углекислого кальция и 106,5 г углекислого лития помещают в кварцевый стакан, смачивают водой и осторожно, по каплям, приливают соляную кислоту до полного растворения солей. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 2 дм<sup>3</sup>, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Исходный раствор содержит 10 г лития и по 0,2 г натрия, калия и кальция в 1 дм<sup>3</sup>.

#### 3.1.5. Приготовление растворов для градуировки

В мерные колбы вместимостью 1 дм<sup>3</sup> помещают 1,5; 2,5; 5,0; 12,5; 25,0; 50,0; 100,0 см<sup>3</sup> исходного раствора и по 8 см<sup>3</sup> раствора

стронция, доводят объем раствора в колбах раствором лития ( $10 \text{ г/дм}^3$ ) до метки и перемешивают.

Растворы для градуировки содержат натрия, калия и кальция (без учета содержания этих элементов в основе) по 0,0003; 0,0005; 0,0010; 0,0025; 0,0050; 0,0100; 0,0200  $\text{г/дм}^3$ . Содержание натрия, калия и кальция в растворах для градуировки корректируют с учетом содержания этих элементов в основе.

### 3.2. Подготовка спектрофотометра

Подготовку спектрофотометра к работе проводят по прилагаемой к прибору инструкции.

### 3.3. Подготовка проб

Кусочки металлического лития, хранящегося в соответствии с ГОСТ 8774—75, извлекают пинцетом из банки, обезжиривают четыреххлористым углеродом, очищают ножом от окиси и на пластинке из органического стекла отрезают от каждого кусочка необходимое количество металла, чтобы общая масса его составила примерно 1 г.

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску пробы лития массой 1,00 г растворяют в воде, налитой в кварцевый стакан вместимостью  $200 \text{ см}^3$ , при этом каждый кусочек лития вносят в стакан после растворения предыдущего, добавляют 1—2 капли индикатора и по каплям приливают соляную кислоту до кислой реакции. Раствор пробы переливают в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , добавляют  $0,8 \text{ см}^3$  раствора стронция, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. При содержании в пробах натрия, калия и кальция более 0,5 % растворы проб разбавляют раствором основы в 10 раз. Если содержание алюминия в пробах менее 0,01 %, раствор стронция в пробы и растворы для градуировки можно не добавлять.

4.2. На подготовленном к работе спектрофотометре фотометрируют анализируемый раствор пробы и соответствующие по концентрации градуировочные растворы.

Фотометрирование растворов проводят по аналитическим линиям с длинами волн, указанными в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм
Натрий	589,0—589,6
Калий	766,5—769,9
Кальций	422,7

Растворы проб и растворы для градуировки фотометрируют три раза и за результат принимают среднее арифметическое значение трех измерений.

4.3. По результатам фотометрирования градуировочных растворов строят градуировочные графики, откладывая по оси абсцисс концентрацию определяемого элемента в г/дм<sup>3</sup>, по оси ординат среднее арифметическое значение трех измерений аналитического сигнала градуировочного раствора. По градуировочным графикам определяют концентрацию натрия, калия и кальция в пробе (С), г/дм<sup>3</sup>.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю натрия, калия и кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = C \cdot 10.$$

5.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений (единичных определений) при выполнении условий пп. 2.5, 2.6 и 2.10 ГОСТ 8775.0—87.

### 5.3. Показатели точности

5.3.1. Показатели сходимости и воспроизводимости результатов определений —  $S_r^{сх}$  и  $S_r^в$  приведены в табл. 2.

Таблица 2

Определяемый элемент	Массовая доля элемента	$S_r^{сх}$	$S_r^в$
		не более	
Натрий	От 0,003 до 0,01 включ.	0,05	0,07
	Св. 0,01 » 0,05 »	0,02	0,05
	» 0,05 » 0,2 »	0,01	0,03
Калий	От 0,001 до 0,005 включ.	0,05	0,10
	Св. 0,005 » 0,02 »	0,05	0,06
Кальций	От 0,005 до 0,02 включ.	0,10	0,13
	Св. 0,02 » 0,05 »	0,04	0,07

5.3.2. Неисключенная систематическая погрешность ( $\Theta$ ) незначима по сравнению со случайной погрешностью.

5.3.3. Значение погрешности результата анализа ( $\Delta$ ) определяют по ГОСТ 8775.0—87.

### 5.4. Контроль точности анализа

Контроль точности анализа проводят по методу добавок в соответствии с ГОСТ 8775.0—87, используя в качестве добавок аликвотные части градуировочных растворов натрия, калия и кальция, приготовленных по п. 3.1.5. Градуировочный раствор определяемого элемента добавляют к навеске пробы до ее растворения.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.09.87 № 3764
2. Срок первой проверки 1991 г.  
Периодичность проверки 5 лет
3. ВЗАМЕН ГОСТ 8775—75 (разд. 3)
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4234—77	2
ГОСТ 4530—76	2
ГОСТ 4919.1—77	2
ГОСТ 5429—74	2
ГОСТ 5457—75	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 8774—75	3.3
ГОСТ 8775.0—87	1.1; 5.2; 5.3.3; 5.4
ГОСТ 14261—77	2
ГОСТ 19908—80	2
ГОСТ 20298—74	2
ГОСТ 24104—80	2