УДК 661.692 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод атомно-абсорбционного анализа

Technical tellurium. Method of atomic-absorptive analysis

ГОСТ 9816.5—84

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 июня 1984 г. № 2149 срок действия установлен

с 01.07.85
до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения массовой доли меди (от 0,003 до 0,5%), железа (от 0,003 до 0,2%), свинца (от 0,001 до 0,3%), селена (от 0,005 до 0,2%), серебра (от 0,0001 до 0,01%) в техническом теллуре.

Метод основан на измерении абсорбции света атомами определяемых элементов, образующимися при введении анализируемого раствора в воздушно-ацетиленовое пламя.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 9816.0—84.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любого типа.

Лампы с полым катодом (для меди, железа, свинца, серебра) и лампа безэлектродная (для селена).

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^2$—$6 \cdot 10^2$ кПа (2—6 кгс/см^2).

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1,6 и 2 моль/дм^3.

Серебро по ГОСТ 6836—80.

427-95
20

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**



gost.e-ecolog.ru

Растворы серебра.

Раствор А: навеску серебра массой 0,1 г растворяют в 20 – 25 $см^3$ раствора азотной кислоты (1 : 3) и выпаривают до влажных солей. Приливают 50—60 $см^3$ воды и помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, разбавляют до метки раствором соляной кислоты 6 моль/$дм^3$ и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг серебра.

Раствор Б: аликвотную часть 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, разбавляют до метки раствором соляной кислоты 2 моль/$дм^3$ и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,01 мг серебра.

Растворы серебра следует хранить в темном месте.

Медь по ГОСТ 859—78 марки М00, М0ку.

Растворы меди.

Раствор А: навеску меди массой 1 г растворяют в 25—30 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3 : 1) при нагревании и упаривают раствор досуха. Остаток дважды обрабатывают по 7—10 $см^3$ соляной кислоты, выпаривая каждый раз раствор досуха. Сухой остаток растворяют в 100—120 $см^3$ раствора соляной кислоты (1 : 1), охлаждают и помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг меди.

Раствор Б: аликвотную часть 50 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 мг меди.

Железо по ГОСТ 9849—74.

Растворы железа.

Раствор А: навеску железа массой 1 г растворяют в 10—15 $см^3$ при нагревании и упаривают раствор до сухих солей. Приливают 100—120 $см^3$ раствора соляной кислоты (1 : 1), кипятят 5—7 мин, охлаждают и помещают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг железа.

Раствор Б: аликвотную часть 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 мг железа.

Свинец по ГОСТ 3778—77 марки С00, С0.

Растворы свинца.

Раствор А: навеску свинца массой 1 г растворяют в 10—15 $см^3$ азотной кислоты (1 : 3) при нагревании и упаривают до влажного состояния. Затем приливают 5—7 $см^3$ азотной кислоты и помещают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг свинца.

Раствор Б: аликвотную часть 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг свинца.

Селен высокой чистоты по ГОСТ 6738—71.

Растворы селена.

Раствор А: навеску селена массой 0,1 г растворяют в 10—15 см³ азотной кислоты при нагревании и выпаривают раствор досуха. Приливают 20 см³ соляной кислоты, охлаждают и помещают раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг селена.

Раствор Б: аликвотную часть 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг селена.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску теллура массой 1—2 г (в зависимости от массовой доли элемента и чувствительности прибора) помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, приливают 40—50 см³ смеси соляной и азотной кислот (3 : 1) и растворяют при нагревании до получения объема 3—5 см³. Приливают 5—10 см³ соляной кислоты, 10—20 см³ воды и нагревают до растворения солей.

После охлаждения раствор помещают в мерную колбу вместимостью 50—250 см³, разбавляют до метки раствором соляной кислоты 2 моль/дм³ и перемешивают.

Полученный раствор, в случае необходимости, разбавляют водой, отбирая соответствующую аликвотную часть от исходного раствора, и помещают ее в мерную колбу.

Фотометрирование каждого элемента проводят по два раза, промывая предварительно водой капилляр и распылительную систему после каждого фотометрирования в течение 5—10 с.

Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором и регистрируют поглощение при длинах волн меди 324,7 нм, железа 248,3 нм, свинца 283,3 нм, селена 194,1 нм, серебра 328,1 нм.

Массу элементов определяют по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в ряд мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 0,25; 0,5; 1; 2; 4; 5; 6 см³ растворов Б меди, железа, свинца, селена, серебра, разбавляют до метки раствором соляной кислоты 2 моль/дм³ и перемешивают. Измеряют оптические плотности полученных растворов в начале,

середине и конце фотометрирования проб и по усредненным значениям плотностей и соответствующим им концентрациям строят градуировочный график.

Диапазон линейности градуировочных графиков зависит от чувствительности применяемых приборов, поэтому предлагаемые концентрации элементов для построения градуировочных графиков (п. 3.2) следует считать рекомендуемыми.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю элемента (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot 10000},$$

где m_1 — масса элемента, найденная по градуировочному графику, мг;

V — общий объем раствора в мерной колбе, см^3;

m — масса навески теллура, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать величин, приведенных в таблице.

Определяемый элемент	Массовая доля элемента, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Медь	От 0,003 до 0,01 включ.	0,006
	Свыше 0,01 до 0,03 включ.	0,01
	» 0,03 » 0,06 »	0,02
	» 0,06 » 0,15 »	0,03
	» 0,15 » 0,3 »	0,05
	» 0,3 » 0,6 »	0,08
Серебро	От 0,0001 до 0,0003 включ.	0,0001
	Свыше 0,0003 до 0,001 »	0,0003
	» 0,001 » 0,003 »	0,0007
	» 0,003 » 0,01 »	0,003
	» 0,01	0,01
Железо	От 0,003 до 0,01 включ.	0,006
	Свыше 0,01 до 0,03 »	0,01
	» 0,03 » 0,06 »	0,02
	» 0,06 » 0,15 »	0,03
	» 0,15 » 0,3 »	0,05

Продолжение

Определяемый элемент	Массовая доля элемента, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Селен	От 0,005 до 0,01 включ.	0,004
	Свыше 0,01 до 0,03 »	0,008
	» 0,03 » 0,1 »	0,01
	» 0,1 » 0,3 »	0,05
Свинец	От 0,001 до 0,003 включ.	0,0007
	Свыше 0,003 до 0,01 »	0,003
	» 0,01 » 0,03 »	0,006
	» 0,09 » 0,1 »	0,03
	» 0,1 » 0,3 »	0,05

Изменение № 1 ГОСТ 9816.5—84 Теллур технический. Метод атомно-абсорбционного анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 20.12.89 № 3908

Дата введения 01.07.90

Раздел 2. Пятый абзац дополнить значением: 2:1;

шестой абзац дополнить значением: 4 моль/дм³;

заменить ссылку: ГОСТ 9849—74 на ГОСТ 9849—86.

Пункт 3.1. Первый абзац после слов «колбу вместимостью 250— 300 см³» дополнить словами: «или стакан вместимостью 100 см³. В колбу»; дополнить словами: «Стакан закрывают покровным стеклом, приливают 7—10 см³ азотной кислоты (2:1) и слабо нагревают при температуре 30—40 °С до растворения навески. Затем раствор нагревают на водяной бане до удаления окислов азота. Стекло со стакана снимают, обмывают его водой над стаканом и к полученному раствору приливают 5—10 см³ соляной кислоты для растворения солей»;

второй абзац. Заменить значения: 50—250 см³ на 25—250 см³; после слов «раствором соляной кислоты 2 моль/дм³» дополнить словами: «(при разложении в колбе) и 4 моль/дм³ (при разложении в стакане)».

Пункт 3.2. Первый абзац после слов «соляной кислоты 2 моль/дм³» дополнить словами: «или 4 моль/дм³».

Пункт 4.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Разность наибольшего и наименьшего результата двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице».

(ИУС № 3 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru