УДК 669.3.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МЕДЬ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Методы атомно-абсорбционного анализа

Copper of high purity.
Methods of atomic-absorption analysis

ГОСТ
27981.4—88

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.1990
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционные методы определения элементов в меди высокой чистоты, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Определяемый элемент	Массовая доля, %
Висмут	0,00001—0,005	Серебро	0,0002—0,003
Железо	0,0002—0,005	Сурьма	0,0003—0,005
Марганец	0,0002—0,005	Теллур	0,00001—0,0002
Свинец	0,0002—0,005	Олово	0,00001—0,0005
Селен	0,00002—0,0005		

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении анализа по ГОСТ 27981.0.

1.2. Допускается последовательное определение нескольких элементов из одной навески после соответствующего разбавления и отбора аликвотных частей.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРЕБРА

(при массовой доле от 0,0005 до 0,005 %)

Метод основан на измерении атомного поглощения резонансной линии серебра при длине волны 328,1 нм при введении ана-

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

лизируемого раствора в воздушно-ацетиленовое или пропан-бутан-воздушное пламя.

2.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любого типа.

Лампа полого катода на серебро.

Компрессор воздушный.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457.

Пропан-бутан по ГОСТ 20448.

Стаканы Н—1—100, В-1—400 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 5—2—10 по ГОСТ 20292.

Цилиндр 1—10 по ГОСТ 1770.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125 или кислота азотная по ГОСТ 4461 (не содержащие хлора), разбавленная 1:1 и растворы 0,5 и 1 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 1, 2 и 6 моль/дм^3.

Медь по ГОСТ 859.

(Медь предварительно очищена от серебра на аниоините АВ-17 в хлоридной форме по п. 2.2.2).

Раствор 100 г/дм^3: навеску меди массой 10 г растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор упаривают до сухих солей. Затем приливают 10 см^3 соляной кислоты, и упаривают до сухих солей. Раствор охлаждают, прибавляют 16 см^3 соляной кислоты, перемешивают, помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят водой до метки.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор 20 г/дм^3.

Серебро по ГОСТ 6836 или другой нормативно-технической документации.

Смола АВ-17 по ГОСТ 20301.

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. *Подготовка смолы АВ-17*

Навеску смолы массой 50 г помещают в стакан вместимостью 400 см^3, заливают водой и оставляют на сутки. Затем воду сливают и смолу несколько раз заливают 1 М соляной кислотой, каждый раз сливая раствор декантацией. Последняя порция слива должна показывать отрицательную реакцию железа с раствором роданистого аммония. Затем смолу заливают 1 М соляной кислотой и хранят до применения.

2.2.2. *Очистка меди от серебра*

К раствору меди добавляют 20—30 г подготовленного анионита АВ-17 и встряхивают в течение 15 мин. Раствор фильтруют через неплотный фильтр, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Остаток на фильтре промывают 1 М соляной

кислотой, собирая промывные воды в ту же колбу, затем доводят до метки 1 М соляной кислотой.

Полученный раствор используют в качестве контрольного опыта при определении серебра в меди.

2.2.3. *Приготовление стандартных растворов*

Раствор А: навеску серебра массой 0,1000 г растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Затем добавляют 25 см³ воды, 100—120 см³ соляной кислоты, перемешивают и помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки 6М соляной кислотой.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг серебра.

Раствор Б: аликвотную часть 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки 2 М соляной кислотой.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг серебра.

Раствор В: аликвотную часть 5 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки 2 М соляной кислотой.

1 см³ раствора В содержит 0,005 мг серебра; раствор должен быть свежеприготовленным.

2.2.4. *Построение градуировочного графика*

В пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 10,0 см³ раствора В, что соответствует 0,005; 0,010; 0,015; 0,025 и 0,050 мг серебра. Во все шесть мерных колб приливают по 10 см³ раствора меди, по 16 см³ соляной кислоты и доводят водой до метки.

Полученные растворы распыляют в пламени ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух и измеряют поглощение линии серебра при длине волны 328,1 нм.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям серебра строят градуировочный график в прямоугольных координатах.

2.3. Проведение анализа

Навеску меди массой 1,000 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты, накрывают покровным стеклом и оставляют без нагревания до прекращения выделения оксидов азота. Затем нагревают до растворения навески. Стекло снимают, обмывают его водой над стаканом и выпаривают раствор до влажных солей.

После охлаждения добавляют 30—40 см³ воды и 16 см³ соляной кислоты, перемешивают до растворения солей, помещают раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

Распыляют полученный раствор в пламени ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух и измеряют поглощение при длине волны 328,1 нм.

Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором.

Массу серебра устанавливают по градуировочному графику.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю серебра (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса серебра, найденная по градуировочному графику в растворе анализируемой пробы, мг;

m_2 — масса серебра, найденная в растворе контрольного опыта, мг;

m — масса навески меди, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ ($d_л$ — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях, а также в одной лаборатории, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля серебра, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений $d_л$	анализов D
От 0,0005 до 0,0020 включ.	0,0001	0,0002
Св. 0,0020 » 0,0100 »	0,0003	0,0005

2.4.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют по стандартным образцам состава меди. Результаты анализа считаются правильными, если воспроизведенная массовая доля компонента в стандартном образце отличается от аттестованной характеристики не более чем на 0,71 D, значение которого приведено в табл. 2.

Допускается контроль правильности проводить методом добавок по ГОСТ 25086. Результаты анализа считаются правильными, если найденная величина добавки отличается от введенной ее величины не более чем на $0{,}71\sqrt{D_1^2 + D_2^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемое расхождение двух результатов анализа для пробы и пробы с добавкой соответственно.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАРГАНЦА, СВИНЦА, ЖЕЛЕЗА, СУРЬМЫ, ВИСМУТА
(при массовой доле от 0,0002 до 0,005 %)

Метод основан на измерении атомного поглощения резонансных линий марганца, свинца, железа, сурьмы и висмута при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух при длинах волн соответственно 279,5; 283,3; 248,3; 217,6; 223,1 нм. Элементы предварительно соосаждают на гидроксиде железа или лантана.

3.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любого типа.

Лампы полого катода на марганец, свинец, железо, сурьму, висмут.

Компрессор воздушный.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Пропан-бутан по ГОСТ 20448.

Колбы мерные 2—25—2; 2—50—2; 2—100—2; 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Дефлегматор 250—19/26—29/32ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки 2—2—10, 5—2—2, 7—2—10 по ГОСТ 20292.

Пробирка 2—10—14/23 ХС по ГОСТ 1770.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125 или кислота азотная по ГОСТ 4461 (перегнанная в кварцевом аппарате), разбавленная 1:1, 1:4; растворы 0,1 и 0,02 моль/дм^3.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261 или кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1, 1:5, 7:3, раствор 2 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:10.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:19.

Железо по ГОСТ 9849, раствор 15 г/дм^3 в 0,1 М азотной кислоте.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, разбавленный 1:10.

Лантан хлористый, или азотнокислый, или оксид лантана; раствор, содержащий 2 мг лантана в 1 см^3: навеску азотнокислого лантана массой 3,1 г, или оксида лантана массой 2,4; или хлористого лантана массой 5,4 г растворяют в 10—15 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят водой до метки.

Висмут по ГОСТ 10928 марки Ви00 или Ви0.

Марганец металлический по ГОСТ 6008.

Свинец высокой чистоты по ГОСТ 22861 или свинец по ГОСТ 3778 марки С00.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Триоксид сурьмы.

Вода бидистиллированная или деионизованная.

3.2. Подготовка к анализу

3.2.1. *Приготовление стандартных растворов*

3.2.1.1. Марганец.

Раствор А: навеску марганца массой 0,100 г растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг марганца.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 1 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг марганца.

Раствор В: 20 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 3 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят водой до метки.

1 см³ раствора В содержит 0,002 мг марганца.

3.2.1.2. Свинец.

Раствор А: навеску свинца массой 0,100 г растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг свинца.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг свинца.

Раствор В: 20 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

1 см³ раствора В содержит 0,002 мг свинца.

3.2.1.3. Железо.

Раствор А: навеску железа массой 0,100 г растворяют в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. Раствор охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 0,1 М азотной кислоты и доводят водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг железа.

Раствор В: 20 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 0,1 М азотной кислоты и доводят водой до метки.

1 см³ раствора В содержит 0,002 мг железа.

3.2.1.4. Сурьма.

Раствор А: навеску сурьмы массой 0,100 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ серной кислоты и нагревают до растворения навески. После охлаждения добавляют 100—150 см³ воды, перемешивают, охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до мет-

ки серной кислотой, разбавленной 1:10. При приготовлении раствора А из триоксида сурьмы навеску массой 0,120 г помещают в коническую колбу вместимостью 1000 см³, снабженную дефлегматором. Приливают 200 см³ соляной кислоты, разбавленной 7:3, и нагревают до растворения навески. После охлаждения раствор упаривают до объема 5—10 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки серной кислотой, разбавленной 1:10.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг сурьмы.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки серной кислотой, разбавленной 1:10. Используют свежеприготовленный раствор.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 г сурьмы.

Раствор В: 20 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки серной кислотой, разбавленной 1:10. Используют свежеприготовленный раствор.

1 см³ раствора В содержит 0,002 мг сурьмы.

3.2.1.5. Висмут.

Раствор А: навеску висмута массой 0,100 г растворяют при нагревании в 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:5. После охлаждения приливают 50—80 см³ воды, перемешивают до растворения солей, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:1.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг висмута.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки 0,1 М азотной кислотой.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг висмута.

3.2.2. *Построение градуировочных графиков*

Для построения градуировочных графиков в ряд стаканов (или конических колб) помещают 0,0; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 см³ стандартного раствора марганца В и 5,0; 10,0 см³ стандартного раствора марганца Б, что соответствует 0,0; 0,002; 0,004; 0,010; 0,020; 0,050 и 0,100 мг марганца; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 см³ стандартного раствора свинца В; 5,0; 10,0 см³ стандартного раствора свинца Б, что соответствует 0,002; 0,004; 0,010; 0,020; 0,050; 0,100 мг свинца; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 см³ стандартного раствора железа В, что соответствует 0,002; 0,004; 0,010; 0,020 мг железа; 1,0; 3,0; 5,0 см³ стандартного раствора сурьмы В и 3,0; 5,0; 10,0 см³ стандартного раствора сурьмы Б, что соответствует 0,0; 0,002; 0,006; 0,010; 0,030; 0,050; 0,100 мг сурьмы; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см³ стандартного раствора висмута Б, что соответствует 0,005; 0,010; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100 мг висмута.

Во все стаканы (или колбы) приливают по 3 см³ раствора лантана или железа (в стаканы, содержащие стандартные растворы железа, приливают по 3 см³ раствора лантана), добавляют 5—10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 3—5 см³ 30 %-ного

раствора пероксида водорода, 80—100 см³ воды и нагревают раствор до кипения. В раствор добавляют аммиак до выпадения осадка гидроксида железа или лантана и еще 5 см³. Выдерживают раствор с осадком при температуре 60—70 °С до коагуляции осадка. Затем фильтруют через фильтр средней плотности и промывают осадок на фильтре 4—5 раз горячим аммиаком, разбавленным 1:19.

Осадок на фильтре растворяют в 10—15 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1 (осадок гидроксида со свинцом растворяют в горячей азотной кислоте, разбавленной 1:1). Промывают фильтр горячей водой до нейтральной реакции промывных вод (по универсальной индикаторной бумаге), собирая фильтрат в стакан (или колбу), в котором проводили осаждение. Упаривают раствор при нагревании до объема 6—8 см³, охлаждают, помещают раствор в мерную пробирку вместимостью 10 см³ или мерную колбу вместимостью 25 см³ в зависимости от массы элементов и доводят до метки водой.

Распыляют растворы в пламени ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух и измеряют поглощение резонансных линий элементов при длинах волн: марганца — 279,5 нм, свинца — 283,3 нм, железа — 248,3 нм, сурьмы — 217,6 нм, висмута — 223,1 нм.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям элементов в стандартных растворах строят градуировочные графики в прямоугольных координатах, используя для каждой точки среднее значение из двух измерений оптической плотности.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Для удаления частиц железа (возможно занесенных при подготовке пробы к анализу) стружку меди обрабатывают магнитом. Затем стружку обмывают 5—10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:10, и дважды бидистиллированной (или деионизованной) водой.

3.3.2. Навеску меди массой 2,000 г помещают в стакан (или коническую колбу) вместимостью 250 см³ и приливают 20—25 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Нагревают до растворения навески. Затем приливают 100 см³ воды, 10 см³ раствора лантана, 3—5 см³ 30 %-ного раствора пероксида водорода и нагревают раствор до кипения. В раствор добавляют аммиак в таком количестве, чтобы вся медь перешла в аммиачный комплекс и еще 5 см³. Выдерживают стакан (или колбу) в теплом месте плиты до коагуляции осадка.

Фильтруют раствор через фильтр средней плотности и промывают осадок на фильтре 4—5 раз горячим аммиаком, разбавленным 1:19.

Затем осадок на фильтре растворяют в 10—15 см³ горячей азотной кислоты, разбавленной 1:1, и промывают фильтр горячей водой

до нейтральной реакции промывных вод (по универсальной индикаторной бумаге), собирая фильтрат в стакан (или колбу), в котором проводили осаждение. Раствор упаривают до объема 6—8 см³, охлаждают, помещают в мерную пробирку вместимостью 10 см³ или мерную колбу вместимостью 25 см³ в зависимости от массовой доли элементов и доводят водой до метки.

Распыляют анализируемые растворы, растворы контрольного опыта и растворы для построения градуировочных графиков в пламени ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух и измеряют поглощение резонансных линий элементов. Массу элементов определяют по градуировочным графикам.

Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — концентрация определяемого элемента в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мг/см³;

m_2 — концентрация определяемого элемента в растворе контрольного опыта, мг/см³;

V — вместимость мерной колбы (пробирки), см³;

m — масса навески меди, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ (d_n — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях, а также в одной лаборатории, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 3.

3.4.3. Контроль правильности результатов анализа — по п. 2.4.3.

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая доля элемента, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %, результатов	
		параллельных определений d_n	анализов D
Марганец	От 0,00020 до 0,00050 включ.	0,00005	0,00010
	Св. 0,0005 » 0,001 »	0,0001	0,0002
	» 0,0010 » 0,0020 »	0,0003	0,0005
	» 0,0020 » 0,0050 »	0,0006	0,0009

Продолжение табл. 3

Определяемый элемент	Массовая доля элемента, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %, результатов параллельных определений d_n	Абсолютные допускаемые расхождения, %, результатов анализов D
Свинец	От 0,0002 до 0,0005 включ.	0,0001	0,0002
	Св. 0,0005 » 0,0020 »	0,0003	0,0005
	» 0,0020 » 0,0050 »	0,0006	0,0009
Железо	От 0,0002 до 0,0005 включ.	0,0001	0,0002
	Св. 0,0005 » 0,0010 »	0,0002	0,0003
	» 0,0010 » 0,0020 »	0,0003	0,0005
	» 0,0020 » 0,0050 »	0,0005	0,0007
Сурьма	От 0,00030 до 0,00050 включ.	0,00005	0,00010
	Св. 0,0005 » 0,0010 »	0,0002	0,0003
	» 0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,0006
	» 0,003 » 0,005 »	0,001	0,002
Висмут	От 0,0002 до 0,0005 включ.	0,0001	0,0002
	Св. 0,0005 » 0,0010 »	0,0002	0,0003
	» 0,0010 » 0,0020 »	0,0003	0,0005
	» 0,0020 » 0,0050 »	0,0005	0,0007

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕЛЕНА И ТЕЛЛУРА

4.1. Определение селена (при массовой доле 0,00002—0,0005 %)

Определение селена проводят атомно-абсорбционным методом с электротермическим атомизатором по аналитической линии 196,0 нм после растворения навески меди в азотной кислоте и экстракционного концентрирования селена толуолом из анализируемого раствора, содержащего 8 моль/дм^3 соляной кислоты, 2 моль/дм^3 хлорной кислоты, 0,2 моль/дм^3 бромистоводородной кислоты и 50 г/см^3 меди.

4.1.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Атомно-абсорбционный спектрофотометр модель 503 фирмы Перкин—Элмер с электротермическим атомизатором (ЭТА) марки HGA-76 или прибор аналогичного типа.

Аргон газообразный высшего сорта по ГОСТ 10157.

Воздух сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$—$6 \cdot 10^5$ Па (2—6 кгс/см^2).

Лампа полого катода или безэлектродная (с блоком питания) на селен.

Весы аналитические любого типа 2-го класса точности

Стаканы Н-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2—50—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 5—2—1, 5—2—2, 5—2—5 по ГОСТ 20292.

Цилиндр 1—10 по ГОСТ 1770—74.

Пробирки П-2—10—0,2 ХС, П-2—20—0,2 ХС, П-2—25—0,2 ХС по ГОСТ 1770.

Пипетка Эппендорфа вместимостью 0,02 см³.

Термометр.

Селен по нормативно—технической документации.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Кислота хлорная (57 %-ный раствор).

Толуол по ГОСТ 5789.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

4.1.2. *Подготовка к проведению анализа*

4.1.2.1. Приготовление растворов сравнения (РС)

Раствор А: навеску металлического селена массой 0,100 г растворяют в смеси 10—15 см³ соляной кислоты и 0,1—0,2 см³ азотной кислоты, нагревая на водяной бане до полного растворения селена. Охлажденный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки соляной кислотой таким образом, чтобы конечный раствор содержал 6 моль/дм³ соляной кислоты.

1 см³ раствора А содержит 1 мг селена.

Раствор Б: 2 см³ раствора А помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ хлорной кислоты и нагревают на водяной бане до появления паров хлорной кислоты. Стакан снимают с водяной бани, охлаждают, обмывают стенки стакана водой и повторяют выпаривание до паров хлорной кислоты. Раствор помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ с помощью 10—15 см³ воды, доводят до метки соляной кислотой.

1 см³ раствора Б содержит 20 мкг селена.

Раствор В: 1 см³ раствора Б помещают в пробирку вместимостью 25 см³, приливают 2 см³ хлорной кислоты, доводят до метки 9 см³ соляной кислотой, добавляют 0,3 см³ бромистоводородной кислоты, 10 см³ толуола. Экстрагируют 15 мин. Раствор В содержит в 1 см³ 2 мкг селена.

4.1.2.2. Растворы сравнения для атомно-абсорбционного анализа (не менее трех).

1 см³ раствора В помещают в пробирку вместимостью 10 см³ и добавляют 9 см³ толуола (раствор Г).

В две пробирки вместимостью 10 см³ помещают по 1 см³ раствора Г, приливают в одну 3 и в другую 1 см³ толуола. Растворы имеют, соответственно, концентрации селена 0,05 и 0,1; раствор Г — 0,2 мкг/см³.

4.1.2.3. Приготовление и аттестация синтетической смеси для проверки правильности методики и правильности работы прибора.

Отбирают 2,5 см³ раствора Б, приготовленного по п. 4.1.2.1, и

помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

1 см³ смеси содержит 0,5 мкг селена. Погрешность введенного содержания селена не более 2 %.

Аттестованная смесь представляет собой водный раствор, содержащий селен с концентрацией (0,5±0,02) мкг/см³. Смесь готовят перед использованием.

4.1.2.4. Подготовка измерительной аппаратуры.

Включение и настройку прибора и ЭТА проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Правильность работы прибора и положение градуировочного графика проверяют, подвергая анализу синтетическую смесь, приготовленную в соответствии с п. 4.1.2.3. Аналитический сигнал при введении 0,02 см³ раствора, содержащего 0,5 мкг/см³ селена, должен быть около 0,2 единиц абсорбции.

Используют аналитическую линию 196,0 нм; щель 2,0 нм и режим работы ЭТА, приведенные в табл. 4.

При использовании приборов других марок аналитический сигнал при введении синтетической смеси должен соответствовать значению, приведенному в паспорте на данный прибор.

Пипеткой Эппендорфа вместимостью 0,02 см³ вводят в ЭТА толуол и варьированием температуры разложения от 700 до 900 °С добиваются того, чтобы абсорбционный сигнал толуола был не больше чем при простом обжиге кюветы. Эту операцию выполняют для каждой графитовой трубки.

Таблица 4

Стадии термической обработки пробы	Температура, °С	Время, с
Сушка	150	10
Разложение	700—900	10
Атомизация	2400	5

Примечание. При работе с аналогичным прибором другой марки условия проведения анализа корректируют, исходя из обеспечения максимального аналитического сигнала селена при анализе одного из РС.

4.1.3. *Проведение анализа*

4.1.3.1. Навеску образца меди массой 1,000 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10—15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают раствор до растворения навески. Упаривают раствор до 5—6 см³, приливают 7 см³ хлорной кислоты. Нагревают до появления паров хлорной кислоты и убирают стакан с плиты; охлаждают, добавляют ~3 см³ воды и снова нагревают до появления белых паров. Раствор охлаждают до температуры 30—50 °С, приливают 10 см³ соляной кислоты, нагревают до темпе-

ратуры не выше 50 °С, перемешивая до полного или частичного растворения солей. Содержимое переводят в пробирку вместимостью 20 см³ (или 25 см³), обмывают стакан 0,5—1 см³ воды и соляной кислотой, добавляют в пробирку 0,6 см³ бромистоводородной кислоты и доводят до метки 20 см³ соляной кислотой. Перемешивают до растворения осадка, открывая пробирку каждый раз после 2—4 встряхиваний.

В пробирку вместимостью 10 см³ помещают 2 см³ экстрагента и 2 см³ раствора пробы для ожидаемых содержаний селена $(2—5)\cdot10^{-4}$ % (соотношение объемов органической и водной фаз 1:1) или 4 см³ раствора пробы для ожидаемых содержаний селена менее $2\cdot10^{-4}$ % (соотношение фаз 1:2) и экстрагируют 15 мин. Экстракт должен быть бесцветным, водная фаза — темно-коричневой. Фазы не делят; для анализа используют экстракт.

4.1.3.2. Аликвотные части РС, анализируемой пробы и раствора контрольного опыта объемом 0,02 см³, последовательно вводят в ЭТА. Сигнал абсорбции регистрируют с помощью самописца. При записи отмечают момент начала атомизации селена в ОС. Если начало сигнала селена в пробе трудно выделить на фоне записи, то увеличивают скорость протягивания бумаги. Для каждого раствора делают 2—3 измерения. Через каждые 5—8 проб анализируют один из РС. Периодически, через 2—3 ч работы, протирают ватой, смоченной спиртом, стекла атомизатора и графитовые контакты ЭТА. После чистки проводят обжиг графитовой трубки.

4.1.4. *Обработка результатов*

4.1.4.1 Массовую долю селена (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=h\cdot F\cdot K,$$

где K — коэффициент пересчета, равный:

$K=1\cdot10^{-3}$ (при соотношении объемов фаз 1:2)

$K=2\cdot10^{-3}$ (при соотношении объемов фаз 1:1);

h — высота пика абсорбции селена в растворе анализируемой пробы, мм;

F — градуировочный фактор, равный $F=\frac{1}{n}\cdot\sum_{i=1}^{n}\frac{C_i}{H_i}$, где

n — количество РС;

C_i — концентрация селена в i-м РС, мкг/см³;

H_i — высота пика абсорбции селена в i-м РС, мм.

Массовую долю селена в анализируемой пробе (X) в процентах также определяют по градуировочному графику, на оси абсцисс которого откладывают концентрации селена в РС, умноженные на $1\cdot10^{-3}$ (при соотношении фаз 1:2) или на $2\cdot10^{-3}$ (при соотношении фаз 1:1), на оси ординат — средние арифметические значения высот соответствующих им пиков абсорбции.

4.1.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений (d_n — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях, а также в одной лаборатории, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 5.

4.1.4.3. Контроль правильности результатов анализа — по п. 2.4.3.

Таблица 5

Массовая доля селена, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений d_n	анализов D
0,00002	0,00001	0,00002
0,00005	0,00003	0,00004
0,00010	0,00004	0,00006
0,00030	0,00008	0,00008
0,00050	0,00012	0,00016

Примечание. Значения допускаемых расхождений для промежутка интервала вычисляют путем линейной интерполяции.

4.2. Определение теллура (при массовой доле 0,00001—0,0002 %)

Определение теллура проводят атомно-абсорбционным методом с электротермическим атомизатором по длине волны 214,3 нм после растворения навески меди в соляной кислоте с пероксидом водорода и экстракционного концентрирования теллура раствором 0,05 М триалкилбензиламмонийхлорида в толуоле из анализируемого раствора, содержащего 3—6 моль/дм³ соляной кислоты и 50 г/см³ меди.

4.2.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Атомно-абсорбционный спектрофотометр модель 503 фирмы Перкин—Элмер. Электротермическим атомизатором марки HGA-76 или прибор аналогичного типа.

Аргон газообразный высшего сорта по ГОСТ 10157.

Воздух сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$—$6 \cdot 10^5$ Па (2—6 кгс/см²).

Лампа полого катода или безэлектродная (с блоком питания) на теллур.

Весы аналитические лабораторные любого типа 2-го класса точности.

Стаканы Н-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2—50—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 5—2—2, 5—2—5 по ГОСТ 20292.

Пробирки П-2—10—02 ХС по ГОСТ 1770.

Пипетка Эппендорфа вместимостью 0,02 см³.

Цилиндры вместимостью 10 и 50 см³ по ГОСТ 1770.

Теллур высокой чистоты по нормативно-технической документации.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Толуол по ГОСТ 5789.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Триалкилбензиламмонийхлорид (ТАБАХ), экстрагент; 0,05 М раствор в толуоле: в сухую емкость не менее 1 дм³ переносят 42 см³ технического ТАБАХ и 960 см³ толуола, обмывая им мерный стакан (цилиндр) из-под ТАБАХ.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, стабилизированный продукт.

4.2.2. *Подготовка к проведению анализа*

4.2.2.1. Приготовление образцов сравнения (РС)

Раствор А: навеску металлического теллура массой 0,010 г помещают в стакан и растворяют в 5—10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревая до полного разложения навески. В мерную колбу вместимостью 100 см³ наливают 50 см³ соляной кислоты, переливают охлажденный раствор из стакана, обмывая его водой и доводят водой до метки. 1 см³ раствора А содержит 0,1 мг теллура.

Раствор Б: 1,0 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:1.

1 см³ раствора Б содержит 2 мкг теллура.

Раствор В: 2,5 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:1.

1 см³ раствора В содержит 0,05 мкг теллура.

Растворы сравнения (РС) для атомно-абсорбционного анализа (не менее трех): в три мерные пробирки вместимостью 10 см³ помещают 1, 2 и 4 см³ раствора В, приливают по ~0,4 см³ рафината любой из проб (приготовленной по п. 4.2.3), доводят соляной кислотой, разбавленной 1:1, до объема 4 см³ и добавляют 2 см³ экстрагента. Экстрагируют 15 мин. Экстракты содержат 0,025; 0,05 и 0,1 мкг/см³ теллура.

4.2.2.2. Приготовление аттестованной смеси для проверки правильности методики и правильности работы прибора.

5 см³ раствора Б, приготовленного по п. 4.2.2.1, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят до метки водой.

1 см³ приготовленной смеси содержит 0,2 мкг теллура. Погрешность введенного содержания теллура не более 2 %.

Аттестованная смесь представляет собой водный раствор, содержащий теллур с концентрацией (0,200±0,004) мкг/см³.

4.2.2.3. Подготовка измерительной аппаратуры

Включение и настройку прибора и ЭТА проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Проверяют правильность работы прибора, используя аттестованную смесь, приготовленную по п. 4.2.2.2.

Используют аналитическую линию 214,3 нм; щель 0,2 нм и режим работы ЭТА, приведенный в табл. 6.

Пипеткой Эппендорфа вместимостью 0,02 см³ вводят в ЭТА раствор экстрагента в толуоле и варьированием температуры разложения от 800 до 1000 °С добиваются того, чтобы абсорбционный сигнал раствора был не больше чем при обжиге кюветы. Эту операцию выполняют для каждой графитовой трубки.

Таблица 6

Стадии термической обработки пробы	Температура, °С	Время, с
Сушка	150	10
Разложение	800—1000	8
Атомизация	2500	5—7

4.2.3. *Проведение анализа*

4.2.3.1. Подготовка пробы

Навеску образца меди массой 0,500 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, пипеткой добавляют 4,2 см³ соляной кислоты, накрывают покровным стеклом (крышкой) и добавляют 3 см³ 30 %-ного раствора пероксида водорода. Для ускорения реакции смесь взбалтывают 3—5 раз. После прекращения реакции (выделение пузырьков) через 5—8 мин добавляют еще 4 см³ пероксида водорода, взбалтывают 3—5 раз. После растворения навески меди стакан ставят на плиту, раствор доводят до кипения и через 2—3 мин стакан после разложения избытка пероксида снимают с плиты, охлаждают и доводят объем до 10 см³ водой.

В пробирку вместимостью 10 см³ вносят 2 см³ экстрагента и 2 см³ раствора пробы для ожидаемых содержаний теллура $(1—2)\cdot10^{-4}$ % (соотношение объемов органической и водной фаз при этом 1:1) или 4 см³ раствора пробы для ожидаемых содержаний теллура менее $1\cdot10^{-4}$ % (соотношение фаз 1:2). Экстрагируют 15 мин. Фазы не делят, для анализа используют экстракт.

4.2.3.2. Проведение измерений

Аликвотные части РС, проб и раствора контрольного опыта объемом 0,02 см³ последовательно вводят в ЭТА. Сигнал абсорбции теллура регистрируют с помощью самописца. Для каждого раствора делают 2—3 параллельных измерения сигнала. Через каждые 5—8 проб анализируют один из РС. Стекла ЭТА через 2—3 ч протирают ватой, смоченной спиртом, а затем насухо хлоп-

чатобумажной тканью. В конце работы протирают ватой, смоченной спиртом, графитовые контакты ЭТА.

4.2.4. *Обработка результатов*

4.2.4.1. Массовую долю теллура *(X)* в процентах вычисляют по формуле

$$X = h \cdot F \cdot K,$$

где h — высота пика абсорбции теллура в растворе анализируемой пробы, мм;

F — градуировочный фактор, равный $F = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} \frac{C_i}{H_i}$, где n-количество РС;

C_i — концентрация теллура в i-м РС, мкг/см³;

H_i — высота пика, мм;

K — коэффициент пересчета, равный $1 \cdot 10^{-3}$ (при соотношении объемов фаз 1:2) и $2 \cdot 10^{-3}$ (при 1:1).

Массовую долю теллура в пробе *(X)* в процентах можно также найти по градуировочному графику, на оси абсцисс которого откладывают концентрацию теллура в РС, умноженные на $2 \cdot 10^{-3}$ (при соотношении фаз 1:1), или на $1 \cdot 10^{-3}$ (при соотношении 1:2), а на оси ординат — средние арифметические значения высот соответствующих им пиков абсорбции.

4.2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений (d_n — показатель сходимости) результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях, а также в одной лаборатории, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 7.

Таблица 7

Массовая доля теллура, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %, результатов	
	параллельных определений d_n	анализов D
0,00001	0,00001	0,00001
0,00002	0,00001	0,00002
0,00005	0,00003	0,00004
0,00020	0,00005	0,00006

Примечание. Значения допускаемых расхождений для промежутка интервала вычисляют путем линейной интерполяции.

4.2.4.3. Контроль правильности результатов анализа—по п. 2.4.3.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИСМУТА, ОЛОВА И СЕРЕБРА

(при массовой доле висмута от 0,00001 до 0,0005 %, олова — от 0,00001 до 0,0005 %, серебра от 0,0002 до 0,003 %)

Метод включает кислотное разложение навески пробы, экстракционное выделение висмута, олова, серебра раствором триалкилбензиламмоний хлорида (ТАБАХ) в толуоле и последующее атомно-абсорбционное определение содержания висмута, олова, серебра в органической фазе. Атомизация проб при определении висмута и олова осуществляется в электротермическом атомизаторе, при определении серебра — в пламени «ацетилен-воздух».

5.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный фирмы «Хитачи» с электротермическим атомизатором, или фирмы Перкин—Эльмер, модель 403.

Лампы полого катода на висмут, олово, серебро.

Аппарат для перемешивания жидкости типа АВБ-4П или аналогичного типа.

Весы лабораторные аналитические любого типа 2-го класса точности.

Воронки типа В ХС по ГОСТ 25336.

Воронки делительные ВД-1—1000 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2—50—2, 2—100—2, 1—500—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пробирки П-2—100—29/32 ХС по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—2—1, 1—2—2, 2—2—5, 2—2—10, 2—2—25, 2—2—50, 4—2—1, 4—2—2, 5—2—2 по ГОСТ 20292.

Стаканы В-1—100 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетка Эппендорфа вместимостью 0,02 $см^3$.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262, разбавленная 1:1, 1:17.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, разбавленная 1:5, 1:10, 1:100.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Серебро по ГОСТ 6836 или другой нормативно-технической документации.

Олово по ГОСТ 860.

Висмут по ГОСТ 10928.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Толуол по ГОСТ 5789.

Ацетилен растворенный и газообразный по ГОСТ 5457.

Триалкилбензиламмоний хлорид (ТАБАХ), 1,3 моль/$дм^3$; раствор 0,26 моль/$дм^3$ в толуоле.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, деионизированная, полу-

ченная пропусканием через ионообменную колонку с катионитом, например КУ-2—8.

Катионит КУ-2—8 по ГОСТ 20298.

Аргон газообразный и жидкий по ГОСТ 10157.

Средства моющие синтетические порошкообразные по ГОСТ 25644.

5.2. Подготовка к проведению анализа

5.2.1. Приготовление раствора ТАБАХ 0,26 моль/дм³ в толуоле ТАБАХ (1,3 моль/дм³) разбавляют толуолом в соотношении 1:4, помещают в делительную воронку и дважды промывают в течение 4—5 мин равным объемом аммиака, разбавленного 1:1. Отстаивают до полного разделения фракций. Затем промывают водой, соляной кислотой, разбавленной 1:5, и дважды соляной кислотой, разбавленной 1:100. Проверяют кислотность водной фазы, pH должна быть равной 1—2. При pH больше двух повторяют промывку соляной кислотой, разбавленной 1:5, затем соляной кислотой, разбавленной 1:100.

5.2.2. *Приготовление стандартных растворов*

5.2.2.1. Приготовление стандартного раствора висмута

Навеску металлического висмута массой 0,100 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают с 5 см³ серной кислоты до белых паров, охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки серной кислотой, разбавленной 1:17.

1 см³ раствора содержит 0,10 мг висмута.

5.2.2.2. Приготовление стандартного раствора олова

Навеску металлического олова массой 0,100 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 20 см³ соляной кислоты при нагревании на песчаной бане не доводя до кипения, охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,10 мг олова.

5.2.2.3. Приготовление стандартного раствора серебра

Навеску металлического серебра массой 0,100 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,10 мг серебра.

5.2.3. *Приготовление рабочих стандартных растворов*

5.2.3.1. Приготовление рабочих стандартных растворов висмута и олова

В мерную колбу вместимостью 500 см³ вносят по 5 см³ стандартных растворов висмута и олова и доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:10. Затем пипеткой отбирают 50 см³ раствора, помещают в пробирку вместимостью 100 см³ и проводят экстракцию равным объемом раствора ТАБАХ в течение 30 мин на

аппарате для перемешивания жидкости. 1 см³ экстракта содержит по 1 мкг висмута и олова.

В мерные колбы вместимостью 25 см³ вносят 0,50; 1,25; 2,50; 5,00; 12,50 см³ экстракта и доводят до метки раствором ТАБАХ. Рабочие стандартные растворы содержат по 0,02; 0,05; 0,10; 0,20; 0,50 мкг/см³ висмута и олова.

5.2.3.2. Приготовление рабочих стандартных растворов серебра

В мерную колбу вместимостью 500 см³ вносят 50 см³ стандартного раствора серебра и доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:10. Пипеткой отбирают 50 см³ раствора, помещают в пробирку вместимостью 100 см³ и проводят экстракцию равным объемом раствора ТАБАХ в течение 30 мин на аппарате для перемешивания жидкости. Полученный экстракт содержит 10 мкг/см³ серебра.

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят 0,50; 1,25; 2,50; 5,00; 10,00; 15,00 см³ экстракта и доводят до метки раствором ТАБАХ. Рабочие стандартные растворы содержат 0,10; 0,25; 0,50; 1,00; 2,00; 3,00 мкг/см³ серебра.

Рабочие стандартные растворы устойчивы в течение четырех дней.

5.2.4. *Построение градуировочных графиков*

Градуировочные графики строят с использованием вычислительного устройства «Электроника-60», устройства другого типа или вручную.

Для построения градуировочных графиков измеряют абсорбцию рабочих стандартных растворов в начале и конце фотометрирования партии проб и по усредненным значениям величин абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям строят градуировочные графики в прямоугольных координатах.

Фотометрирование каждого раствора проводят не менее двух раз.

5.2.5. *Подготовка приборов к измерениям*

5.2.5.1. Условия проведения измерений и подготовительные работы, необходимые для приведения спектрофотометров в рабочее состояние — по инструкции по эксплуатации.

5.2.5.2. Условия фотометрирования на спектрофотометре фирмы «Перкин—Элмер» приведены в табл. 8.

Таблица 8

Параметр	Элемент — серебро
Длина волны, мм	328,1
Ширина щели, нм	0,7
Тип пламени	Ацетилен-воздух
Расход ацетилена, дм³/мин	15
Расход воздуха, дм³/мин	35

Продолжение табл. 8

Параметр	Элемент—серебро
Давление ацетилена, кг/см² (кгс/см²)	0,7
Давление воздуха, кг/см² (кгс/см²)	1,5
Режим работы	«Абсорбция»

5.2.5.3. Условия фотометрирования на спектрофотометре фирмы «Хитачи» приведены в табл. 9.

Таблица 9

Параметр	Элемент	
	Висмут	Олово
Ток лампы, мА	12,5	30,0
Длина волны, нм	223,1	286,0
Щель, нм	1,3	1,3
Тип кюветы	Чашка	Трубка
Скорость газа-носителя (аргон), см³/мин	200	200
Объем пробы, см³	0,02	0,02
Аналитический режим	«Абсорбция»	«Абсорбция»
Способ регистрации	Площадь пика	Площадь пика
Тип графика	Линейный	Линейный
Присутствие эффекта Зеемана	Да	Да
Расширение шкалы	1,0	1,0
Режим работы печатающего устройства	«Автоматический»	«Автоматический»
Число замеров	2	2

Стадии и условия процесса атомизации пробы в графитовой кювете приведены в табл. 10.

Таблица 10

Температурный режим для электротермического атомизатора (при остановленном потоке газа)

Элемент	Стадия	Начальная температура, °С	Конечная температура, °С	Время, с
Висмут	Сушка	50	120	30
	Озоление	120	400	10
	Озоление	400	550	20
	Атомизация	1800	1800	7
	Очистка, продувка кюветы	2400	2400	10
Олово	Сушка	25	100	10
	Сушка	100	120	10
	Озоление	120	400	10
	Озоление	400	400	10
	Атомизация	2700	2700	7
	Очистка, продувка кюветы	2800	2800	3

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску пробы массой 1,000 г помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, упаривают до влажных солей. Приливают 7 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают до появления паров серной кислоты. Остаток охлаждают и растворяют при нагревании в 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:100, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, обмывают стакан 5—7 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:100, и присоединяют к раствору в мерной колбе. Пипеткой добавляют 2 см³ раствора ТАБАХ и проводят экстракцию на аппарате для перемешивания в течение 30 мин. После полного расслоения органическую фазу поднимают в узкую часть колбы добавлением 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:100.

5.3.2. Для определения массовой концентрации серебра опускают капилляр в колбу с экстрактом и проводят фотометрирование по п. 5.2.5.2. Капилляр и распылительную систему после каждого фотометрирования промывают раствором ТАБАХа в течение 10—15 с. В конце фотометрирования партии проб капилляр и распылительную систему промывают 8—10 см³ этилового спирта.

5.3.3. Пипеткой Эппендорфа 0,02 см³ анализируемого раствора висмута или олова переносят в дважды обожженную графитовую кювету и фотометрируют по п. 5.2.5.3.

После восьми-десяти измерений осуществляют операцию обжига и продувки кюветы.

5.3.4. Одновременно с проведением анализа проводят контрольный опыт для внесения в результат анализа поправки, учитывающей массовую долю определяемых элементов в реактивах и материалах. Поправку вычисляют как среднее арифметическое трех параллельных определений.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Расчет результатов проводят на вычислительном устройстве «Электроника-60».

5.4.2. Массовую долю висмута, олова и серебра (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C - C_к)\ V}{m \cdot 10^4}, \qquad (1)$$

где $C_к$ — массовая концентрация элемента в растворе контрольного опыта; мкг/см³;

C — массовая концентрация элемента, найденная по градуировочному графику, мкг/см³;

V — объем фотометрируемого экстракта, см³;

m — масса навески пробы, г.

5.4.3. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов измерений концентрации в трех

навесках пробы. Усреднению подлежат результаты, различающиеся на величину, не большую d_n

$$|C_1-C_2| \leqslant d_n; \text{ где } d_n=3{,}31a_1\cdot\overline{C}^{b_1+1}. \quad (2)$$

Значения коэффициентов a_1 и b_1 приведены в табл.11.

Таблица 11

Определяемый элемент	Коэффициенты			
	a_1	b_1	a_2	b_2
Висмут	0,00077	—0,42	0,00077	—0,42
Олово	0,037	—0,076	0,037	—0,075
Серебро	0,017	—0,16	0,017	—0,16

При получении результатов параллельных определений с расхождениями, превышающими допустимые, анализ пробы повторяют.

Если при повторном анализе это требование не выполняется, то проводят повторный пробоотбор.

При неудовлетворительной повторной проверке проведение анализа по данной методике прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших отклонение.

5.4.4. Решение об удовлетворительной воспроизводимости результатов анализов принимают в случае, если расхождение результатов первичного и повторного анализов при доверительной вероятности $P=0.95$ не превышает значений D, вычисленных по формуле 3

$$D=3{,}31a_2\overline{C}^{b_2+1}, \quad (3)$$

где a_1 и b_1 — коэффициенты в соответствии с табл. 11;

$\overline{C}$ — среднее арифметическое результатов анализа, %.

5.4.5. Контроль правильности результатов анализа осуществляют—по п. 2.4.3.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством цветной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ:

Б. М. Рогов, Э. Н. Гадзалов, И. И. Лебедь, А. М. Копанев, Э. Н. Гильберт, Л. Н. Шабанова, О. В. Ромина, Н. К. Биячуева, И. И. Тарасова, В. Т. Яценко, Л. В. Бондюк

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.12.88 № 4443

3. Срок первой проверки — 1994 г.
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 859—78	2.1	ГОСТ 10928—7	3.1, 5.1
ГОСТ 860—75	5.1	ГОСТ 10929—76	3.1, 4.2.1
ГОСТ 1089—82	3.1	ГОСТ 11125—84	2.1, 3.1, 5.1
ГОСТ 1770—74	2.1, 3.2, 4.1.1, 4.2.1, 5.1	ГОСТ 14261—77	3.1, 5.1
		ГОСТ 14262 78	5.1
ГОСТ 2062—77	4.1.1	ГОСТ 18300—87	4.1.1, 4.2.1, 5.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1, 4.1.1, 4.2.1	ГОСТ 20292—77	2.1.3.1, 4.1.1, 4.2.1, 5.1
ГОСТ 3760—79	3.1, 5.1		
ГОСТ 3778—77	3.1	ГОСТ 20298—74	5.1
ГОСТ 4204—77	3.1	ГОСТ 20301—74	2.1
ГОСТ 4461—77	2.1, 3.1, 4.1.1, 4.2.1	ГОСТ 20448—80	2.1, 3.1
ГОСТ 5457—75	2.1, 3.1, 4.1.2, 5.1	ГОСТ 22861—77	3.1
ГОСТ 5789—78	4.1.1, 4.2.1, 5.1	ГОСТ 24104 88	4.1.1, 4.2.1, 5.1
ГОСТ 6008—82	3.1	ГОСТ 25086—87	2.4.3
ГОСТ 6709—72	5.1	ГОСТ 25336 82	2.1.3.1, 4.1.1, 4.2.1, 5.1
ГОСТ 6836—80	2.1, 5.1	ГОСТ 25644—83	5.1
ГОСТ 9849—86	3.1	ГОСТ 27067—86	2.1
ГОСТ 10157—7	4.1.1, 4.2.1, 5.1	ГОСТ 27981.0—88	1.1

gost.e-ecolog.ru