МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 9816.5— 2014

ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод атомно-абсорбционного анализа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом "Научно-исследовательский и проектный институт обогащения и механической обработки полезных ископаемых "УРАЛМЕХАНОБР" (ОАО «Уралмеханобр»), Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 72-П от 14 ноября 2014 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономразвития Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 02 апреля 2015 г. № 208-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9816.5—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 9816.5–84

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод атомно-абсорбционного анализа

Tellurium technical. Method of atomic-absorptive analysis

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методику измерений массовой доли меди, железа, свинца, селена, серебра в техническом теллуре методом атомно-абсорбционной спектроскопии в диапазонах, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Компонент	Диапазон значений массовой доли компонента	Компонент	Диапазон значений массовой доли компонента
Медь	От 0,003 до 0,60 включ.	Селен	От 0,005 до 0,30 включ.
Железо	От 0,003 до 0,30 включ.	Серебро	От 0,0001 до 0,010 включ.
Свинец	От 0,0010 до 0,30 включ.	-	-

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 859−2001 Медь. Марки

ГОСТ 1770−74 (ISO 1042−83, ISO 4788−80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118−77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3778−98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4461−77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5457−75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 6709−72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6836−2002 Серебро и сплавы на его основе. Марки

ГОСТ 9816.0−2014 Теллур технический. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 9849−86 Порошок железный. Технические условия

ГОСТ 20448−90 Газы углеводородные сжиженные топливные для коммунально-бытового потребления. Технические условия

ГОСТ 24104−2001[1] Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336−82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169−91 (ИСО 648−77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227−91 (ИСО 835-1−81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ ИСО 5725-6−2002[2] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному

[1] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228−2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

[2] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1−2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Издание официальное

указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли меди, железа, свинца, селена, серебра соответствует характеристикам, приведенным в таблице 2 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли меди, железа, свинца, селена, серебра при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Компонент	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности $\pm\Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости r (n=2)	воспроизводимости R
Медь	От 0,003 до 0,010 включ.	0,006	0,006	0,008
	Св. 0,010 до 0,030 включ.	0,010	0,010	0,014
	Св. 0,03 до 0,06 включ.	0,02	0,02	0,03
	Св. 0,06 до 0,15 включ.	0,03	0,03	0,04
	Св. 0,15 до 0,30 включ.	0,05	0,05	0,07
	Св. 0,30 до 0,60 включ.	0,08	0,08	0,11
Железо	От 0,003 до 0,010 включ.	0,006	0,006	0,008
	Св. 0,010 до 0,030 включ.	0,010	0,010	0,014
	Св. 0,03 до 0,06 включ.	0,02	0,02	0,03
	Св. 0,06 до 0,15 включ.	0,03	0,03	0,06
	Св. 0,15 до 0,30 включ.	0,05	0,05	0,07
Свинец	От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0007	0,0007	0,0009
	Св. 0,003 до 0,010 включ.	0,003	0,003	0,004
	Св. 0,010 до 0,030 включ.	0,006	0,006	0,008
	Св. 0,03 до 0,10 включ.	0,03	0,03	0,04
	Св. 0,10 до 0,30 включ.	0,05	0,05	0,07
Селен	От 0,005 до 0,010 включ.	0,004	0,004	0,006
	Св. 0,010 до 0,030 включ.	0,008	0,008	0,010
	Св. 0,03 до 0,10 включ.	0,01	0,01	0,02
	Св. 0, 10 до 0,30 включ.	0,05	0,05	0,07
Серебро	От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00010	0,00010	0,00014
	Св. 0,0003 до 0,0010 включ.	0,0003	0,0003	0,0004
	Св. 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0007	0,0007	0,0009
	Св. 0,003 до 0,010 включ.	0,003	0,003	0,004

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрометр атомно-абсорбционный с пламенным атомизатором и источниками излучения на медь, железо, свинец, селен, серебро;
- компрессор воздушный;
- весы специального класса точности по ГОСТ 24104;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С или аналогичную;
- баню водяную;
- стекло часовое;
- колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1-100 ТХС, по ГОСТ 25336;
- колбы Кн-2-100-19/26, Кн-2-250-19/26 ТХС по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5 – 6 \cdot 10^5$ Па;
- ацетилен по ГОСТ 5457;
- пропан-бутан по ГОСТ 20448;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1 и молярной концентрации 2 моль/дм^3, 4 моль/дм^3, 6 моль/дм^3;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную 1:3 и 2:1;
- смесь соляной и азотной кислот 3:1и 1:3;
- свинец по ГОСТ 3778, марки С0 и С1;
- медь по ГОСТ 859;
- железо по ГОСТ 9849;
- серебро по ГОСТ 6836;
- селен металлический особой чистоты по [2].

Примечание:

1 Допускается применение иных средств измерений, утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в настоящем стандарте.

5 Сущность метода

Метод основан на измерении атомного поглощения резонансных линий меди, железа, свинца, селена, серебра при длинах волн, указанных в таблице 3 после введения анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух.

Таблица 3 – Длины волн

Измеряемый компонент	Длина волны, нм
Медь	324,7
Железо	248,3
Свинец	283,3
Селен	194,1
Серебро	328,1
Примечание – Допускается применение других длин волн при условии обеспечения метрологических характеристик, приведенных в настоящем стандарте.	

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Приготовление растворов известной концентрации

6.1.1 Приготовление растворов меди

При приготовлении раствора А с массовой концентрации меди 1 мг/см^3: навеску меди массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в объеме от 25 до 30 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании и упаривают раствор досуха. Остаток дважды обрабатывают объемом от 7 до 10 см^3 соляной кислоты, выпаривая каждый раз раствор досуха. Сухой остаток растворяют в объеме от 100 до 120 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят до растворения солей, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б с массовой концентрации меди 0,1 мг/см^3 аликвоту раствора А 50 см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

6.1.2 Приготовление растворов железа

При приготовлении раствора А с массовой концентрации железа 1 мг/см^3: навеску железа массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в объеме от 10 до 15 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании и упаривают раствор до сухих солей. Приливают от 100 до 120 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят в течение от 5 до 7 мин, охлаждают и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б с массовой концентрации железа 0,1 мг/см^3 аликвоту раствора А

10 см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

6.1.3 Приготовление растворов свинца

При приготовлении раствора А с массовой концентрации свинца 1 мг/см^3 навеску свинца массой 1,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают от 10 до 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:3 при нагревании и упаривают до влажных солей. Приливают от 5 до 7 см^3 азотной кислоты, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б с массовой концентрации свинца 0,1 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

6.1.4 Приготовление растворов селена

При приготовлении раствора А с массовой концентрации селена 1 мг/см^3 навеску селена массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, приливают от 10 до 15 см^3 азотной кислоты при нагревании и упаривают раствор досуха. Приливают 20 см^3 соляной кислоты, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б с массовой концентрации селена 0,1 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

6.1.5 Приготовление растворов серебра

При приготовлении раствора А с массовой концентрации серебра 0,1 мг/см^3 навеску серебра массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают от 20 до 25 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:3 при нагревании и выпаривают раствор до влажных солей. Приливают от 50 до 60 см^3 воды, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают соляной кислотой, молярной концентрации 6 моль/дм^3 до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б с массовой концентрации серебра 0,01 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают соляной кислотой, молярной концентрации 2 моль/дм^3 до метки и перемешивают.

6.2 Построение градуировочных графиков

В семь мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают: 0,25; 0,5; 1,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см^3 растворов Б меди, железа, свинца, селена, серебра, разбавляют до метки соляной кислотой, молярной концентрацией 2 моль/дм^3 или 4 моль/дм^3 и перемешивают.

Полученные растворы вводят в пламя ацетилен-воздух атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбции компонента при соответствующей длине волны (таблица 3).

Примечание – Концентрации градуировочных растворов носят рекомендательный характер и зависят от характеристик используемого атомно-абсорбционного спектрометра, интервала определяемых концентраций. Для построения градуировочного графика допускается использовать от 3 до 7 градуировочных растворов, но не менее 3.

По оси абсцисс откладывают массовую концентрацию определяемого компонента в градуировочных растворах, выраженную в миллиграммах на сантиметр кубический, по оси ординат – соответствующие значения аналитических сигналов.

Примечание – Допускается выражать концентрацию градуировочных растворов в других массовых единицах.

7 Выполнение измерений

7.1 Общие требования к методу измерений и требования безопасности при выполнении измерений – по ГОСТ 9816.0.

7.2 Навеску теллура массой от 1 до 2 г (в зависимости от массовой доли компонента и чувствительности прибора) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 или стакан вместимостью 100 см^3. В колбу приливают от 40 до 50 см^3 смеси соляной и азотной кислот (1:3), и растворяют при нагревании до получения объема от 3 до 5 см^3. Приливают от 5 до 10 см^3 соляной кислоты, от 10 до 20 см^3 воды и нагревают до растворения солей. В стакан приливают от 7 до 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 2:1, закрывают часовым стеклом и слабо нагревают при температуре от 30 °С до 40 °С до растворения навески. Затем раствор нагревают на водяной бане до удаления оксидов азота.

Стекло со стакана снимают, обмывают его водой над стаканом и к полученному раствору приливают от 5 до 10 см^3 соляной кислоты и нагревают до растворения солей.

Раствор охлаждают и помещают его в мерную колбу вместимостью от 25 до 250 см^3, доливают до метки соляной кислоты, молярной концентрации 2 моль/дм^3

(при разложении в колбе) и 4 моль/дм^3 (при разложении в стакане) и перемешивают.

Анализируемый раствор вводят в пламя ацетилен-воздух атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбции компонента при соответствующей длине волны (таблица 3). Абсорбцию каждого раствора измеряют не менее двух раз и для расчета берут среднеарифметическое значение. При смене растворов систему распыления промывают водой до получения нулевого показания прибора.

Рекомендованная максимальная величина измеряемой абсорбции примерно 0,5 единиц. В случае необходимости для уменьшения ее значения допускается проводить измерения при менее чувствительной длине волны или разворачивать горелку.

По найденному значению абсорбции анализируемого раствора за вычетом абсорбции раствора холостого опыта находят массовая концентрация определяемого компонента по градуировочному графику. Если концентрация определяемого компонента в анализируемом растворе превышает его концентрацию в растворах для построения градуировочного графика (величина абсорбции анализируемого раствора выше абсорбции последней точки графика), проводят разбавление анализируемого раствора. Для этого аликвоту анализируемого раствора помещают в колбу вместимостью 100 см^3, приливают соляную кислоту, для создания ее кислотности равной 5 % по объему, доливают до метки водой и перемешивают.

Допускается использовать для атомизации пробы пламя пропан-бутан-воздух, если расхождения между параллельными определениями соответствуют указанным в таблице 2.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Массовую долю компонента X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000} = \frac{C \cdot V}{m \cdot 10}, \quad (1)$$

где C – массовая концентрация компонента, найденная по градуировочному графику, с учетом величины холостого опыта, мг/см^3;

V – объем анализируемого раствора, см^3;

m – масса навески пробы, г.

8.2 Массовую долю компонента X_1 (при дополнительном разбавлении), %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot V \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V_2 \cdot 1000} = \frac{C \cdot V \cdot V_1}{m \cdot V_2 \cdot 10}, \quad (2)$$

где C – массовая концентрация компонента, найденная по градуировочному графику, с учетом величины холостого опыта, мг/см^3;

V – объем анализируемого раствора, см^3;

V_1 – конечный объем анализируемого раствора, см^3;

V_2 – объем аликвоты раствора, см^3;

m – масса навески пробы, г.

8.3 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r, приведенных в таблице 2.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в [3] (подпункт 5.2.2.1).

8.4 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 2. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в [3].

Библиография

[1] Технические условия ТУ 4389-001-44330109–2008 — Плита нагревательная стеклокерамическая встраиваемая LOIP LH-304

[2] Технические условия ТУ 6-09-5013–82 — Селен для электронной промышленности особо чистый 16-3, особо чистый 15-2, особо чистый 15-3

[3] ISO 5725-6:1994/Cor.1:2001 — Точность (правильность и прецизи-онность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике. Техническая поправка 1 (Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 6. Use in practice of accuracy values. Technical Corrigendum 1)

УДК 661.692: 543.06:006.354 МКС 77.120.99

Ключевые слова: теллур технический, проба, компонент, раствор, метод атомно-абсорбционной спектроскопии, массовая концентрация, раствор известной концентрации, градуировочный график

Подписано в печать 07.04.2015. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 0,93. Тираж 31 экз. Зак. 1190.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru

gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru