МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 27868— 2019

ВЕЩЕСТВА ОСОБО ЧИСТЫЕ

Метод концентрирования микропримесей экстракцией

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Научно-исследовательский институт химических реактивов и особо чистых химических веществ» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт» — ИРЕА)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 60 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2019 г. № 120-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 августа 2019 г. № 469-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 27868—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 27868—88

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2019

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

МКС 77.040.30

Поправка к ГОСТ 27868—2019 Вещества особо чистые. Метод концентрирования микропримесей экстракцией

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ВЕЩЕСТВА ОСОБО ЧИСТЫЕ

Метод концентрирования микропримесей экстракцией

High purity substances. Method for concentration of microimpurities by extraction

Дата введения — 2020—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на особо чистые вещества и устанавливает метод концентрирования микропримесей экстракцией:

по способу 1 — групповое или избирательное отделение микропримесей (микрокомпонентов);

по способу 2 — отделение вещества-основы (макрокомпонента) с целью последующего аналитического определения микропримесей элементов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3652 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрия хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5456 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5817 Реактивы. Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 7298 Реактивы. Гидроксиламин сернокислый. Технические условия

ГОСТ 8864 Реактивы. Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10259 Реактивы. Ацетилацетон. Технические условия

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин -N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14262 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 18270 Кислота уксусная особой чистоты. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия*

ГОСТ 19908 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 20288 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 23463 Графит порошковый особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования**

ГОСТ 24147 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

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

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 27565 Вещества особо чистые. Концентрирование микропримесей методом упаривания

ГОСТ 27566 Вещества особо чистые. Метод атомно-эмиссионной спектроскопии для определения примесей химических элементов в жидкофазных веществах***

ГОСТ 29228 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ ИСО 14644-1 Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 1. Классификация чистоты воздуха*4

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru о указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором ссылка дана на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования

3.1 Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

3.2 Масса навески, способ подготовки пробы и проведения концентрирования должны быть указаны в документе по стандартизации на испытуемое вещество.

3.3 Концентрирование проводят в помещениях, соответствующих классу чистоты 5 ИСО по ГОСТ ИСО 14644-1, а также в ламинарных боксах или в вытяжных устройствах с отфильтрованным воздухом.

3.4 При концентрировании следует исключить внесение неконтролируемых загрязнений (например, из атмосферы, лабораторной посуды, загрязнений, вносимых аналитиком, реактивами и т. д.).

3.5 При концентрировании микропримесей по способу 1 соблюдают следующие требования:

- экстракция определяемых микропримесей должна быть количественной или при аналитическом определении элементов должна быть учтена степень экстракции;
- при использовании методов группового аналитического определения элементов число экстрагируемых микропримесей должно быть максимальным; применяют экстракционные реагенты группового действия (или их смеси);

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

*** В Российской Федерации действует также ГОСТ Р 55845—2013 «Реактивы и особо чистые вещества. Определение примесей химических элементов атомно-эмиссионной спектрометрией с индуктивно связанной плазмой».

*4 В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 14644-1—2017 «Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 1. Классификация чистоты воздуха по концентрации частиц».

- создание оптимальной реакции среды и выбор оптимальной концентрации экстрагента;
- учет влияния макрокомпонента;
- применение при необходимости высаливателей или комплексообразующих веществ для связывания макрокомпонента или нежелательных примесей;
- использование органического концентрата для дальнейшего непосредственного определения микропримесей соответствующими методами (атомно-эмиссионной спектрометрии, атомно-абсорбционной спектрометрии, пламенной фотометрии и др.) или минерализация концентрата перед аналитическим определением.

3.6 При концентрировании микропримесей по способу 2 соблюдают следующие требования:

- определяемые микропримеси должны количественно оставаться в водной фазе или их потери должны быть учтены при аналитическом определении элементов;
- следует полностью удалить из раствора макрокомпонент, если в документе по стандартизации на продукт нет других указаний.

Концентрирование проводят по способу 2, если макрокомпонент имеет относительно простой состав (например, соли, оксиды).

При концентрировании следует использовать минимальное число и количество реагентов.

3.7 Избирательное концентрирование, при котором из пробы выделяют один элемент или группу элементов, рекомендуется применять при использовании фотометрических, флуориметрических, полярографических, пламенно-фотометрических, эмиссионных и атомно-абсорбционных методов, т. е. в тех случаях, когда одновременное присутствие в концентрате нескольких элементов может исказить результаты анализа.

3.8 Групповое концентрирование, при котором концентрируют сразу несколько элементов, рекомендуется применять при использовании атомно-эмиссионного или рентгено-флуоресцентного метода определения.

3.9 Микропримеси экстрагируют в виде внутрикомплексных соединений, комплексных металлокислот, нейтральных ковалентных молекул или других соединений.

Вещество-основу (макрокомпонент) обычно экстрагируют в виде комплексной металлгалогенидной кислоты или координационно-сольватированной соли.

3.10 Для хранения растворов и концентрирования следует использовать химически инертную посуду из полимерных материалов (например, из фторопласта, полиэтилена высокого давления), кварцевого стекла или стеклоуглерода.

3.11 При концентрировании используют реактивы квалификации х. ч., если в документе по стандартизации на испытуемое вещество нет других указаний. Допускается применять реактивы наивысшей степени чистоты, промышленного производства или специально очищенные реактивы.

Перед применением реактивы следует проверить в условиях концентрирования на отсутствие определяемых элементов или учесть их фактическое содержание при аналитическом определении элементов.

4 Аппаратура, посуда, реактивы, растворы и материалы

4.1 Автоклав лабораторный с внутренним сосудом из инертного материала, позволяющий проводить растворение труднорастворимых испытуемых веществ.

4.2 Плитка электрическая нагревательная с закрытой спиралью и плавной регулировкой температуры с графитовой поверхностью.

4.3 Прибор для перегонки из кварцевого стекла с дефлегматором.

4.4 Термостат любого типа.

4.5 Печь кварцевая, обеспечивающая нагрев до 200 °С.

4.6 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 высокого класса точности (II) с ценой деления (дискретностью отсчета) не более 0,01 г наибольшим пределом взвешивания 800 г.

4.7 Стаканчики для взвешивания типа СН или СВ по ГОСТ 25336 или кварцевого стекла, или полимерного материала.

4.8 Воронка из химически стойкого стекла по ГОСТ 25336 или кварцевого стекла, или полимерного материала.

4.9 Воронка делительная из химически стойкого стекла по ГОСТ 25336 или кварцевого стекла, или полимерного материала.

4.10 Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147.

4.11 Колба коническая (Эрленмейера) с притертой пробкой из термостойкого и химически стойкого стекла по ГОСТ 25336 или кварцевого стекла по ГОСТ 19908, или полимерного материала.

4.12 Колбы мерные по ГОСТ 1770 из кварцевого стекла или полимерного материала.

4.13 Лопатка или шпатель из кварцевого стекла или полимерного материала.

4.14 Пипетки градуированные по ГОСТ 29228, 2-го класса точности.

4.15 Стаканы из термически и химически стойкого стекла по ГОСТ 25336 или из кварцевого стекла по ГОСТ 19908, или полимерного материала.

4.16 Цилиндр мерный по ГОСТ 1770 или из кварцевого стекла, или полимерного материала.

4.17 Чаша кварцевая по ГОСТ 19908 или из полимерного материала.

4.18 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

4.19 Бумага индикаторная универсальная.

4.20 Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463.

4.21 Амилацетат (амиловый эфир уксусной кислоты) квалификации ч. д. а., очищенный дополнительно перегонкой в приборе из кварцевого стекла.

4.22 Аммиак водный квалификации ос. ч. по ГОСТ 24147, раствор, разбавленный 1:10 и раствор с массовой долей 1 %.

4.23 Ацетилацетон по ГОСТ 10259 квалификации ч. д. а. или ч., очищенный следующим образом: необходимый объем ацетилацетона встряхивают в делительной воронке с раствором аммиака (1:10) для очистки от примеси уксусной кислоты, затем дважды промывают дистиллированной водой, высушивают над безводным сульфатом натрия, перегоняют в приборе для перегонки из кварцевого стекла с дефлегматором, отбирая фракцию с постоянной температурой кипения.

4.24 Ацетон квалификации ос. ч.

4.25 Бутилацетат (бутиловый эфир уксусной кислоты) квалификации ч. д. а., очищенный перегонкой в приборе из кварцевого стекла по ГОСТ 19908.

4.26 Вода квалификации ос. ч. или дважды перегнанная в приборе из кварцевого стекла, или деионизированная, дополнительно профильтрованная через мембранный фильтр с размером пор 0,2 мкм при соблюдении условий, исключающих контакт с металлами (см. [1]*). Воду хранят в сосудах из кварцевого стекла или полимерного материала. Перед употреблением воду следует проверить на содержание определяемых элементов. Воду считают пригодной, если содержание определяемых элементов не будет превышать норм, указанных в документе по стандартизации на испытуемое вещество.

4.27 Гидроксиламин сернокислый (гидроксиламмоний сульфат) квалификации ч. д. а. по ГОСТ 7298, очищенный перекристаллизацией из воды.

4.28 Гидроксиламина гидрохлорид (гидроксиламмоний хлорид) квалификации ч. д. а. по ГОСТ 5456, очищенный перекристаллизацией из воды.

4.29 2-водная динатриевая соль этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты (трилон Б), по ГОСТ 10652, х. ч.; раствор, не содержащий железа, концентрации 0,1 моль/дм^3, очищают следующим образом: к 250 см^3 соответствующего раствора реактива добавляют 2,5 см^3 раствора перхлората натрия с массовой долей 5 %, 0,25 г гидроксиламина гидрохлорида, 0,25 г ортофенантролина и взбалтывают. Реакцию можно ускорить подогреванием на водяной бане с температурой от 80 °С до 90 °С в течение 5 мин.

Раствор ди-Na-ЭДТА перед добавлением реактивов доводят до значения pH 7 раствором гидроксида натрия и подогревают до температуры не выше 50 °С.

При необходимости очищают раствор от ортофенантролината железа методом ионообменной хроматографии или экстракцией.

4.30 Дитизон квалификации ч. д. а. или ч., очищенный многократной перекристаллизацией из трихлорметана (хлороформа). Для этого 1,00 г препарата растворяют в 100 см^3 трихлорметана, нерастворившийся остаток отделяют фильтрованием с использованием бумажного фильтра, раствор дитизона в трихлорметане промывают два раза порциями по 100 см^3 раствором аммиака (с массовой долей 1 %), не содержащего примесей катионов, при этом дитизон переходит в водную фазу и окрашивает раствор в оранжевый цвет; продукт его разложения дифенилкарбодиазон остается в органической фазе; аммиачные экстракты подкисляют разбавленной соляной кислотой до pH 2—3. Затем выпавший осадок дитизона извлекают несколькими порциями по 20 см^3 трихлорметана до полного обесцвечивания водной фазы; полученный экстракт промывают несколько раз водой и выпаривают в чашке при

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

медленном нагревании на водяной бане до удаления трихлорметана. Следы воды устраняют нагреванием в течение 1 ч в вакууме при температуре не выше 50 °С; препарат хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла.

4.31 1,2-Дихлорэтан (этилен хлористый) квалификации ч. д. а. или ч., очищенный перегонкой.

4.32 Диэтиламмония гексаметилендитиокарбамат.

4.33 Диэтилдитиокарбамат аммония, 3-водный, очищенный перекристаллизацией из воды, раствор с массовой долей 0,05 %.

4.34 Кислота азотная по ГОСТ 11125, ос. ч. или кислота азотная по ГОСТ 4461, очищенная перегонкой в приборе из кварцевого стекла при температуре ниже точки кипения, концентрированная и раствор концентрации c (HNO_3) = 6 моль/дм^3.

4.35 Кислота винная по ГОСТ 5817, квалификации ч. д. а. или ч., очищенная многократной перекристаллизацией или пропусканием через сильнокислотный катионит.

4.36 Кислота лимонная моногидрат и безводная по ГОСТ 3652 квалификации ч. д. а. или ч., очищенная многократной перекристаллизацией или пропусканием через сильнокислотный катионит.

4.37 Кислота серная ос. ч. по ГОСТ 14262 квалификации ос. ч. или по ГОСТ 4204, очищенная перегонкой в приборе из кварцевого стекла под вакуумом. Продукт перегонки должен соответствовать требованиям ГОСТ 14262.

4.38 Кислота соляная по ГОСТ 14261, или кислота соляная по ГОСТ 3118, очищенная перегонкой в приборе из кварцевого стекла под вакуумом или фторопласта, концентрированная, и раствор с массовой долей 25 %.

4.39 Кислота уксусная по ГОСТ 18270 квалификации ос. ч. или по ГОСТ 61, очищенная перегонкой в приборе из кварцевого стекла или пропусканием через сильнокислотный катионит. Очищенный продукт должен соответствовать требованиям ГОСТ 18270.

4.40 Кислота фтористоводородная особой чистоты по ГОСТ 10484, очищенная перегонкой в приборе из фторопласта или платины. Продукт перегонки должен соответствовать требованиям на особо чистую продукцию.

4.41 Метилизобутилкетон квалификации ч., очищенный перегонкой в вакууме.

4.42 Натрий ацетат (натрий уксуснокислый) 3-водный по ГОСТ 199, раствор, не содержащий железа, концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_6 \cdot 2H_2O$) = 1 моль/дм^3; готовят по 4.29.

4.43 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1.

4.44 Натрия N,N-диэтилдитиокарбамат 3-водный по ГОСТ 8864, квалификации ч. д. а. или ч., очищенный многократной перекристаллизацией из воды или двукратной экстракцией примесей трихлорметаном из воды, или выделением препарата с помощью диэтилового эфира из этилового спирта. В последнем случае растворяют 100 г препарата в 500 см^3 этанола, фильтруют через обеззоленный фильтр, вливают раствор при перемешивании в 3000 см^3 диэтилового эфира; прозрачный раствор декантируют, а выпавшие кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера с плотным обеззоленным фильтром, несколько раз промывают диэтиловым эфиром порциями в диапазоне от 40 до 50 см^3 и сушат на воздухе.

4.45 Натрий 8-меркаптохинолинат 2-водный, квалификации ч. д. а.

4.46 Натрий перхлорат 1-водный, квалификации ч. д. а. или ч., раствор с массовой долей 5 %.

4.47 Натрий сернокислый (натрий сульфат) по ГОСТ 4166, квалификации ч. д. а. или ч.

4.48 Натрий тартрат (натрий виннокислый 2-водный), раствор, не содержащий железа, концентрации c ($C_4H_5O_6Na \cdot 2H_2O$) = 1 моль/дм^3; готовят по 4.29.

4.49 Натрий цитрат (натрий лимоннокислый водный), раствор, не содержащий железа, концентрации c ($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$) = 1 моль/дм^3; готовят по 4.29.

4.50 8-Оксихинолин квалификации ч. д. а. или ч., очищенный многократной перекристаллизацией из трихлорметана или перегонкой с водяным паром. Для этого в перегонную колбу помещают 0,5 дм^3 воды, 1 г динатриевой соли этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водной (трилон Б) от 50 до 70 г 8-оксихинолина и перегоняют в приемную колбу из кварцевого стекла, отфильтровывают выпавший осадок на воронке Бюхнера с плотным обеззоленным фильтром и сушат на воздухе. Очищенный препарат хранят в темном месте в герметично укупоренной емкости из кварцевого стекла или полимерных материалов; готовят раствор с массовой долей 1 % в ацетоне.

4.51 Углерод четыреххлористый (тетрахлорметан) по ГОСТ 20288, очищенный следующим образом: к 1000 м^3 препарата добавляют 1 г дитизона и перемешивают вращением, если при этом раствор не окрасится в зеленый цвет, добавляют дитизон до появления зеленого окрашивания раствора; затем перегоняют тетрахлорметан в приборе из кварцевого стекла.

4.52 Трибутилфосфат (трибутиловый эфир фосфорной кислоты) особой чистоты.

4.53 Хлороформ (трихлорметан) квалификации х. ч. или технический, очищенный перегонкой в приборе из кварцевого стекла, стабилизированный 0,5 % этанола.

4.54 4,7-Фенантролин (парафенантролин, батофенантролин).

4.55 1,10-Фенантролин (ортофенантролин).

4.56 Этанол (этиловый спирт) квалификации ос. ч. или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшей категории качества, очищенный перегонкой.

5 Подготовка посуды и проб к концентрированию

5.1 Сосуд, из которого отбирают пробу для концентрирования микропримесей, очищают от пыли в потоке отфильтрованного воздуха в ламинарном боксе или вытяжном устройстве с отфильтрованным воздухом. При отборе пробы открывают крышку сосуда и переносят пробу в чистый сосуд в условиях, соответствующих классу чистоты 5 ИСО по ГОСТ ИСО 14644-1.

Используемую посуду обрабатывают и проверяют на чистоту по 5.2 и 5.3.

5.2 Перед использованием новую лабораторную посуду обрабатывают раствором диэтилдитиокарбамата аммония при температуре в диапазоне от 20 °С до 25 °С и промывают водой или обрабатывают сначала парами азотной кислоты, затем парами воды.

Бывшую в употреблении посуду обрабатывают раствором соляной кислоты и промывают водой.

5.3 Чистоту лабораторной посуды проверяют путем анализа воды, использованной для последней промывки. Лабораторную посуду считают чистой, если невозможно установить разницы в содержании определяемых элементов, указанных в документе по стандартизации на испытуемое вещество в воде, используемой для промывки, и воде от последней промывки.

Не следует касаться руками поверхностей, которые будут контактировать с испытуемой пробой.

5.4 Жидкую пробу отбирают и переносят с помощью цилиндра и воронки в сосуд, предварительно подготовленный и промытый частью пробы для концентрирования.

Твердую пробу отбирают лопаткой или шпателем из кварцевого стекла или полимерного материала в сосуд с притертой пробкой из этих же материалов.

Труднорастворимые особо чистые вещества переводят в растворимое состояние способом, приведенным в документе по стандартизации на испытуемое вещество.

5.5 Растворы готовят в небольших количествах и используют их в течение недели.

6 Концентрирование

6.1 Способ 1

6.1.1 Навеску испытуемого вещества растворяют в соответствующем объеме воды или другого подходящего растворителя, помещают в делительную воронку, доводят pH-раствора по универсальной индикаторной бумаге до заданного значения, добавляют в нужном порядке соответствующее количество реагентов, экстрагентов или их смесей, указанных в документе по стандартизации на испытуемое вещество.

После добавления каждого реагента раствор встряхивают, выдерживают при температуре окружающей среды, снова встряхивают, добавляют соответствующий экстрагент и тщательно встряхивают в течение времени, установленного в документе по стандартизации.

После четкого разделения фаз, экстракт (органический слой) сливают в коническую колбу с притертой пробкой. Экстракцию повторяют несколько раз, собирая экстракты в ту же колбу. Затем объединенные экстракты промывают в делительной воронке соответствующими растворами и экстрагируют. Отделившуюся водную фазу еще раз экстрагируют.

Промытый объединенный экстракт смешивают с экстрактом, полученным при обработке отделившейся водной фазы. Полученную смесь помещают порциями в кварцевую чашку и упаривают под инфракрасной лампой по ГОСТ 27565. При необходимости, перед упариванием экстракта, в кварцевую чашку добавляют навеску коллектора, например графит порошковый (угольный).

6.1.2 При отсутствии остатка органической части после упаривания под инфракрасной лампой аналитическое определение примесей проводят методом атомно-эмиссионной спектрометрии.

При наличии остатка органической части его удаляют выпариванием. Для этого чашку с концентратом микропримесей помещают в кварцевую печь и нагревают при температуре 200 °С до полного

удаления органической части, после чего смывают примеси со стенок чашки раствором кислоты, указанной в документе по стандартизации на испытуемое вещество, и проводят аналитическое определение элементов.

6.1.3 Если микропримеси количественно не извлекаются, то для вычисления массы примесей используют метод добавок, при этом в растворы проб вводят известные массы определяемых элементов (добавок) и подвергают полученные растворы экстракционному концентрированию по 6.1.1, 6.1.2.

Отношение определенной массы примесей к введенной массе (фактор пересчета) учитывают при вычислении концентрации элементов в испытуемой пробе. Фактор пересчета вычисляют как среднеарифметическое значение результатов параллельных определений. Число параллельных определений определяют исходя из требований, указанных в документе по стандартизации на испытуемое вещество.

6.2 Способ 2

6.2.1 Навеску вещества растворяют в соответствующем объеме воды или другого подходящего растворителя, помещают в делительную воронку, доводят pH-раствора по универсальной индикаторной бумаге до заданного значения, добавляют соответствующее комплексообразующее вещество, которое образует комплексное соединение с макрокомпонентом (веществом-основой). Затем проводят экстракцию основы из водного раствора при соответствующем значении pH путем добавления определенного экстракта в зависимости от свойств основы.

6.2.2 Если водный раствор содержит примеси, мешающие дальнейшему аналитическому определению, то после экстракционного отделения вещества-основы (органической фазы) следует провести дополнительные операции, указанные в документе по стандартизации на испытуемое вещество.

6.2.3 Если наблюдают потерю определяемых примесей за счет соэкстракции с веществом-основой или подавление экстракции примесей веществом-основой в растворы пробы вводят известные массы определяемых элементов (добавки) и подвергают полученные растворы концентрированию по 6.2.1 и 6.2.2.

Отношение определенной массы примесей к введенной массе (фактор пересчета) учитывают при вычислении концентрации элементов в испытуемой пробе. Фактор пересчета вычисляют как среднеарифметическое значение результатов параллельных определений. Количество параллельных определений определяется исходя из требований, указанных в документе по стандартизации на испытуемое вещество.

6.3 Проведение контрольного опыта

1/100 часть навески вещества, предварительного проверенного на отсутствие определяемых микропримесей, растворяют в воде или другом подходящем растворителе; далее проводят концентрирование по 6.1.

Результаты контрольного опыта учитывают при дальнейшем аналитическом определении микропримесей.

6.4 В документе по стандартизации на испытуемое вещество должны быть указаны следующие данные:

- способ подготовки испытуемой пробы;
- навеска испытуемой пробы;
- применяемый растворитель и его объем;
- экстрагенты и их объемы;
- значение pH-раствора и реактив для доведения pH до нужного значения;
- реагенты и порядок их добавления;
- время встряхивания;
- число экстракций;
- раствор, применяемый для промывки;
- объем упаренного концентрата (при необходимости);
- способ приготовления растворов сравнения и контрольного раствора;
- число параллельных определений для вычисления фактора пересчета (при необходимости).

6.5 Метод концентрирования микропримесей химических элементов экстракцией в иодиде натрия особой чистоты для последующего аналитического определения элементов методом атомно-эмиссионной спектрометрии приведен в приложении А.

Приложение А
(рекомендуемое)

Метод концентрирования микропримесей химических элементов экстракцией в иодиде натрия ос. ч. для последующего аналитического определения элементов методом атомно-эмиссионной спектрометрии

А.1 Аппаратура, реактивы, растворы и материалы

Аппаратура, реактивы, растворы и материалы — по 4.1, 4.5, 4.7, 4.11, 4.13, 4.14, 4.16, 4.17, 4.53, 4.56.

Воронка делительная по ГОСТ 25336 или воронка делительная из кварцевого стекла.

Лампа инфракрасная.

Аммиак водный по 4.19, раствор (1:10).

Натрий N,N-диэтилдитиокарбамат, очищенный по 4.44, раствор с массовой долей 0,05 %.

Натрий иодид, проверенный на отсутствие определяемых элементов (или с установленным их содержанием).

Натрий хлорид (натрий хлористый) квалификации ос. ч, х. ч. для спектрального анализа или ч. д. а. и ч. по ГОСТ 4233, очищенный многократной перекристаллизацией из воды.

8-Оксихинолин, очищенный по 4.50, раствор в ацетоне с массовой долей 1 %.

1-(2-пиридилазо)-2 нафтол (ПАН) раствор в этаноле с массовой долей 0,1 %.

Графит порошковый (угольный) особой чистоты.

А.2 Подготовка к концентрированию

Подготовку посуды и проб к концентрированию проводят по разделу 5.

А.3 Концентрирование

А.3.1 Концентрирование пробы

Растворяют 20,00 г испытуемого вещества в 100 $см^3$ воды, помещают раствор в делительную воронку и доводят раствором аммиака до значения pH 6—7, добавляют 5 $см^3$ раствора ПАН.

Полученный раствор встряхивают, выдерживают 20 мин при температуре окружающей среды, прибавляют 2 $см^3$ диэтилдитибкарбамата натрия (ДДКNa), тщательно встряхивают и снова выдерживают 10 мин. Затем прибавляют к раствору 10 $см^3$ трихлорметана (хлороформа), встряхивают и после четкого разделения фаз органический слой сливают в коническую колбу с притертой пробкой.

Водную фазу обрабатывают раствором 8-оксихинолина.

Полученный раствор встряхивают, выдерживают 10 мин, добавляют 10 $см^3$ трихлорметана и снова встряхивают. После четкого разделения фаз органический слой сливают в ту же колбу. Экстракцию повторяют три раза, собирая экстракты в ту же колбу. Затем объединенные экстракты промывают в делительной воронке 10 $см^3$ воды, насыщенной трихлорметаном и очищенной от следов иодида натрия, встряхиванием в течение 5 мин.

Во избежание потерь микропримесей, промывные воды обрабатывают 1 $см^3$ раствора ПАН, 0,2 $см^3$ раствора (ДДКNa) и экстрагируют 1 $см^3$ трихлорметана в течение 3 мин.

Промытый объединенный экстракт смешивают с экстрактом, полученным при обработке промывных вод, помещают порциями в кварцевую чашку, добавляют 50 мг графитного (угольного) порошка и упаривают досуха под инфракрасной лампой. Для удаления остатка органической части, чашку с концентратом микропримесей помещают в кварцевую печь и нагревают при 200 °С в течение 15 мин.

Подготовленный таким образом концентрат смешивают с 3 мг хлорида натрия и снимают спектрограмму в соответствии с ГОСТ 27566.

А.3.2 Приготовление растворов сравнения

В три делительные воронки помещают по 100 $см^3$ раствора, содержащего 20 г иодида натрия, предварительно проверенного на отсутствие определяемых элементов.

В каждую делительную воронку добавляют с минимальным объемом воды необходимые количества определяемых химических элементов, доводят раствором аммиака до значения pH 6—7.

Остальные операции проводят как при подготовке испытуемой пробы.

Для определения массовой доли химических элементов методом атомно-эмиссионной спектроскопии по ГОСТ 27566, концентрат должен содержать не менее $1 \cdot 10^{-7}$ % Ag и Cu, $1 \cdot 10^{-6}$ % Co, Fe, Ca, Ni.

Библиография

[1] ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для аналитического лабораторного применения. Технические требования и методы испытаний)

УДК 54—482.001.4:006.354 МКС 77.040.30

Ключевые слова: вещества особо чистые, методы анализа, концентрирование микропримесей экстракцией

БЗ 5—2019/80

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 16.08.2019. Подписано в печать 27.08.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru