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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
27866—
2019**

ВЕЩЕСТВА ОСОБО ЧИСТЫЕ

Метод концентрирования микропримесей осаждением и соосаждением

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. № 468-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 27866—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 27866—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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Аппаратура, посуда, реактивы, растворы и материалы 3
5 Подготовка к концентрированию 5
6 Концентрирование 6
Приложение А (рекомендуемое) Метод концентрирования микропримесей химических элементов осаждением в нитрате бария квалификации ос. ч. для последующего аналитического определения кадмия методом атомно-эмиссионной спектрометрии 8
Приложение Б (справочное) Примеры использования методов аналитического отделения микропримесей химических элементов 9
Библиография 11

77 МЕТАЛЛУРГИЯ

МКС 77.040.30

Поправка к ГОСТ 27866—2019 Вещества особо чистые. Метод концентрирования микропримесей осаждением и соосаждением

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 осаждением и соосаждением

High purity substances. Method for concentration of microimpurities by precipitation and coprecipitation

Дата введения — 2020—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на особо чистые вещества и устанавливает метод концентрирования микропримесей химических элементов осаждением и соосаждением:

способ 1 — осаждение микропримесей химических элементов с использованием коллектора;

способ 2 — осаждение микропримесей химических элементов без использования коллектора;

способ 3 — осаждение вещества-основы, с целью последующего аналитического определения микропримесей химических элементов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 195 Реактивы. Натрий сернистокислый. 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 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий 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 5828 Реактивы. Диметилглиоксим. Технические условия

ГОСТ 6344 Реактивы. Тиомочевина. Технические условия

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

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. 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 12162 Двуокись углерода твердая. Технические условия

ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14262 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия*

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

Издание официальное

ГОСТ 19908 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие 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 27566 Вещества особо чистые. Метод атомно-эмиссионной спектроскопии для определения примесей химических элементов в жидкофазных веществах**

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

ГОСТ ИСО 14644-1—2002 Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 1. Классификация чистоты воздуха***

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 При проведении концентрирования соблюдают требования ГОСТ ИСО 14644-1.

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

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

3.5 При концентрировании следует исключить внесение неконтролируемых загрязнений (из атмосферы, лабораторной посуды, реактивами и т. д.).

3.6 При анализе радиоактивных и токсичных веществ, соединений благородных металлов, а также объектов анализа, вещество-основа которых имеет в атомно-эмиссионных и атомно-абсорбционных спектрах большое число спектральных линий, следует полностью отделить вещество-основу.

Допускается частичное отделение вещества-основы при анализе веществ с простым спектром и веществ, физико-химические свойства которых не мешают аналитическому определению элементов.

3.7 Осаждение отдельных элементов или их групп проводят с помощью разных реагентов или их смесей, путем изменения pH-раствора, введением в систему разных комплексонов. Если при осаждении используют растворы, реактивы и материалы, не указанные в разделе 4, то применяют реактивы, приведенные в документе по стандартизации на испытуемое вещество.

---

* 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».

*** 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».

Допускается сочетать групповые органические реагенты, образующие малорастворимые внутрикомплексные соединения металлов с индифферентными органическими соосадителями.

3.8 Концентрат микропримесей элементов должен иметь форму, удобную для непосредственного определения элементов; микропримеси концентрируют или в объеме твердого коллектора малой массы, или в небольшом объеме подходящего растворителя.

3.9 Для хранения исходных растворов, растворов сравнения и воды, применяемой для их приготовления, а также для проведения концентрирования используют посуду из химически инертных полимерных материалов (например, из фторопласта, полиэтилена высокого давления), кварцевого стекла или стеклоуглерода.

3.10 При проведении концентрирования 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 проверяют в условиях концентрирования на отсутствие определяемых элементов или учитывают их фактическое содержание при аналитическом определении элементов.

3.11 При проведении концентрирования допускается использовать импортную аппаратуру по точности, а материалы и реактивы по качеству, не уступающие отечественным.

4 Аппаратура, посуда, реактивы, растворы и материалы

4.1 Аппарат для вакуумной фильтрации.

4.2 Прибор для перегонки из кварцевого стекла с дефлегматором.

4.3 Термостат любого типа.

4.4 Печь кварцевая, обеспечивающая нагревание до 200 °С.

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

4.6 Лампа инфракрасная.

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

4.8 Стаканчики для взвешивания типа СН или СВ по ГОСТ 25336 или из кварцевого стекла или полимерного материала.

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

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

4.11 Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147.

4.12 Колба коническая типа К исполнения 1 с притертой пробкой из термостойкого и химически стойкого стекла по ГОСТ 25336 или кварцевого стекла типа Кн по ГОСТ 19908, или полимерного материала.

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

4.14 Лопатка или шпатель из кварцевого стекла или полимерного материала.

4.15 Пипетки градуированные по ГОСТ 29227, 2-го класса точности.

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

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

4.18 Чаша кварцевая по ГОСТ 19908 или из полимерного материала.

4.19 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

4.20 Графит порошковый (угольный) особой чистоты по ГОСТ 23463.

4.21 Фильтр пористый фторопластовый с размером пор не более 0,45 мкм.

4.22 Аммиак водный квалификации ос. ч. по ГОСТ 24147, растворы с массовой долей 1 %, 25 % и раствор, разбавленный 1:2.

4.23 Аммоний дибензоилдитиокарбамат.

4.24 Аммония пирролидиндитиокарбамат.

4.25 Ацетон квалификации ос. ч.

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 Гексаметиламмония гексаметилендитиокарбамат квалификации ч. д. а. или ч., очищенный перекристаллизацией из воды.

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

4.29 Диметилглиоксим квалификации ч. д. а. по ГОСТ 5828, очищенный возгонкой в сосуде из кварцевого стекла, помещенном в бокс из органического стекла в вытяжном устройстве. Возгонку проводят при нагревании на электрической плитке с графитовой поверхностью.

4.30 2-водная динатриевая соль этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты (трилон Б) квалификации х. ч. по ГОСТ 10652; 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.

Раствор 2-водной динатриевой соли этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты (трилон Б) перед добавлением реактивов доводят до pH 7 с помощью раствора гидроокиси натрия и подогревают при температуре не выше 50 °С.

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

4.31 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 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 темного стекла.

4.32 Аммония N,N-диэтилдитиокарбамат 3-водный, очищенный перекристаллизацией из воды; раствор с массовой долей 0,05 %.

4.33 Диэтиловый эфир квалификации ч. д. а.

4.34 Кадмия сульфат 8-водный (кадмий сернокислый, 8-водный), квалификации ос. ч.; раствор с массовой долей 10 %.

4.35 Ксилол.

4.36 Кислота азотная ос.ч. по ГОСТ 11125 или кислота азотная по ГОСТ 4461, очищенная перегонкой в приборе из кварцевого стекла при температуре ниже точки кипения; продукт перегонки должен соответствовать требованиям ГОСТ 11125.

4.37 Кислота серная ос. ч. по ГОСТ 14262 или кислота серная 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, продукт перегонки должен соответствовать требованиям ГОСТ 14261, концентрированная или раствор с массовой долей 2 %.

4.39 Купферон (N-нитрозо-N-фенил гидроксиламина аммониевая соль), очищенный многократной перекристаллизацией из воды, этанола или диэтилового эфира.

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

---

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

4.41 Натрия N,N-диэтилдитиокарбамат 3-водный квалификации ч. д. а., или ч. по ГОСТ 8864, очищенный перекристаллизацией из воды, раствор с массовой долей 0,05 %.

4.42 Натрия перхлорат 1-водный, квалификации ч. д. а. или ч.

4.43 Натрия сульфит (натрий сернистокислый) квалификации ч. д. а. или ч. по ГОСТ 195, очищенный многократной перекристаллизацией.

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

4.45 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.

4.46 1-(2-пиридилазо)-2-нафтол (ПАН), квалификации ч. д. а., очищенный перекристаллизацией из этанола; готовят раствор с массовой долей 0,1 % в этаноле.

4.47 Танин.

4.48 Тиоацетамид, квалификации ч. д. а., очищенный следующим образом: 30 г препарата растворяют в 100 $см^3$ ксилола при нагревании до температуры от 80 °С до 90 °С; колбу с раствором быстро охлаждают с помощью сухого льда; выпавший осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера с плотным обеззоленным фильтром и высушивают на воздухе при температуре окружающей среды. Хранят в герметично укупоренной склянке из темного стекла.

4.49 Тиомочевина (тиокарбамид) по ГОСТ 6344, очищенный следующим образом: 100 г препарата растворяют в 500 $см^3$ этанола и фильтруют через беззольный фильтр; фильтрат охлаждают до температуры от 8 °С до 10 °С и добавляют при помешивании в 300 $см^3$ диэтилового эфира; выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера с плотным обеззоленным фильтром и несколько раз промывают диэтиловым эфиром; кристаллы высушивают на воздухе и хранят в герметично укупоренной склянке из темного стекла. Применяют сухой препарат или раствор с массовой долей 0,07 %.

4.50 Хлороформ (трихлорметан) квалификации х. ч. или технический, очищенный перегонкой в приборе из кварцевого стекла с дефлегматором.

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

4.52 Бумага индикаторная универсальная.

4.53 Двуокись углерода твердая (сухой лед) по ГОСТ 12162.

Примечание — Допускается применение средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования, посуды с техническими характеристиками не хуже, а химических реактивов и воды по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

5 Подготовка 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. Крышку сосуда, из которого отбирают пробу, открывают в условиях, соответствующих классу чистоты 5 ИСО по ГОСТ ИСО 14644-1 и переносят пробу в чистый сосуд.

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

5.2 Перед использованием новую лабораторную посуду обрабатывают раствором диэтилдитиокарбамата аммония при температуре 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 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 в течение недели.

6 Концентрирование

6.1 Способ 1

6.1.1 В коническую колбу вместимостью 50 $см^3$ или 100 $см^3$ помещают навеску испытуемого вещества и приливают определенный объем воды, добавляют соответствующее количество реагентов или их смеси, доводя pH-раствора по универсальной индикаторной бумаге до определенного значения. Объем приливаемой воды, масса или объем прибавляемых реагентов, их смесей, значение pH раствора должны быть указаны в документе по стандартизации на испытуемое вещество.

Реакция протекает с образованием осадка.

6.1.2 Раствор с осадком, приготовленный по 6.1.1, тщательно перемешивают способом, указанным в документе по стандартизации на испытуемое вещество, прибавляют навеску коллектора (например, угольного порошка) и снова тщательно перемешивают. Раствор оставляют на 2—3 ч при температуре окружающей среды, затем фильтруют под вакуумом через пористый фильтр или воронку Бюхнера с плотным обеззоленным фильтром и промывают осадок, как указано в документе по стандартизации на испытуемое вещество.

6.1.3 Осадок высушивают в сушильном шкафу или под инфракрасной лампой и определяют микропримеси элементов методом, приведенным в документе по стандартизации на испытуемое вещество.

6.2 Способ 2

6.2.1 Раствор с осадком, приготовленный по 6.1.1, фильтруют через воронку Бюхнера с плотным обеззоленным фильтром. Осадок промывают, как указано в документе по стандартизации на испытуемое вещество.

6.2.2 Далее фильтр с осадком обрабатывают одним из способов, приведенных ниже:

- фильтр с осадком сушат. Осадок подвергают дальнейшему аналитическому определению методом, указанным в документе по стандартизации на испытуемое вещество;
- фильтр с осадком сушат, озоляют и подвергают дальнейшему аналитическому определению методом, указанным в документе по стандартизации на испытуемое вещество;
- осадок растворяют, смывая его с фильтра небольшим количеством подходящего растворителя, указанного в документе по стандартизации, и полученный раствор подвергают дальнейшему аналитическому определению методом, указанным в документе по стандартизации на испытуемое вещество.

6.3 Способ 3

6.3.1 Раствор с осадком, приготовленный по 6.1.1, выдерживают определенное время при значении температуры, приведенной в документе по стандартизации на испытуемое вещество. Затем раствор декантируют или фильтруют через воронку с пористым фильтром под вакуумом, как указано в документе по стандартизации на испытуемое вещество. Осадок промывают, промывные воды соединяют с фильтратом. При необходимости фильтрат упаривают.

6.3.2 Фильтрат подвергают дальнейшему испытанию одним из следующих методов:

- фильтрат анализируют непосредственно методом, указанным в документе по стандартизации на испытуемое вещество;
- фильтрат упаривают досуха с коллектором и концентрат анализируют методом, указанным в документе по стандартизации на испытуемое вещество;
- фильтрат упаривают досуха, остаток растворяют в небольшом объеме подходящего растворителя и анализируют методом, указанным в документе по стандартизации на испытуемое вещество.

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

- способ подготовки испытуемой пробы;
- навеска испытуемой пробы;

- масса или объем прибавляемых реагентов или их смеси;
- значение pH-раствора;
- раствор для промывки;
- растворитель (при необходимости);
- коллектор (при необходимости);
- способ обработки раствора для последующего аналитического определения;
- время и температура выдерживания раствора для выпадения осадка;
- время и температура озоления (при необходимости);
- метод аналитического определения.

6.5 Проведение контрольного опыта

Приготовление контрольного раствора и растворов сравнения должны соответствовать указанным в стандарте на применяемый аналитический метод или в документе по стандартизации на испытуемое вещество.

6.6 Метод концентрирования микропримесей химических элементов осаждением в нитрате бария ос.ч. для последующего аналитического определения элементов методом атомно-эмиссионной спектроскопии приведен в приложении А.

6.7 Примеры используемых методов аналитического отделения микропримесей химических элементов, полученных методами осаждения и соосаждения, приведены в приложении Б.

Приложение А
(рекомендуемое)

Метод концентрирования микропримесей химических элементов осаждением в нитрате бария квалификации ос. ч. для последующего аналитического определения кадмия методом атомно-эмиссионной спектроскопии

А.1 Аппаратура, реактивы, растворы и материалы

Аппаратура, реактивы, растворы и материалы — по 4.1; 4.5; 4.6—4.8; 4.12; 4.14; 4.19—4.22; 4.26; 4.41; 4.49; 4.52.

Раствор, содержащий кадмий, готовят по ГОСТ 4212 с использованием воды ос. ч.

Бария нитрат, ос. ч., проверенный на отсутствие определяемых элементов.

А.2 Подготовка к концентрированию

Подготовку посуды и проб к концентрированию проводят согласно разделу 5.

А.3 Проведение концентрирования способом 1

2 г нитрата бария растворяют в 20 $см^3$ воды, доводят pH раствора до значения 6 раствором аммиака с массовой долей 1 %, прибавляют 2 $см^3$ раствора, содержащего кадмий, 1 $см^3$ диэтилдитиокарбамата натрия, перемешивают, прибавляют 30 мг тиокарбамида, снова перемешивают и добавляют 50 мг графитового порошка. Раствор с осадком тщательно перемешивают и выдерживают 2—3 ч при температуре окружающей среды, отфильтровывают осадок и высушивают фильтр с осадком по 6.1.

Для промывки осадка на фильтре используют от 5 до 10 $см^3$ раствора тиокарбамида с массовой долей 0,07 %, pH 6.

Контрольный опыт проводят с использованием раствора 0,1 г нитрата бария, не содержащего определяемых элементов, в 20 $см^3$ воды.

Растворы сравнения готовят по ГОСТ 27566 с добавлением определенного количества определяемых элементов и проводят их через все стадии концентрирования.

Анализ микропримесей в концентрате проводят по ГОСТ 27566.

Приложение Б
(справочное)

Примеры использования методов аналитического отделения микропримесей химических элементов

Таблица Б.1 — Примеры использования методов аналитического отделения микропримесей химических элементов, полученных методами осаждения и соосаждения

Объект анализа	Микропримеси элементов	Реагент, значение pH (осадитель)	Способ отделения осадка	Метод анализа концентрата
Оксиды трансурановых радиоактивных элементов	V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Pb	ДДКNa[1)]+Na-меркаптохи-нолидин, pH 5,6	Фильтрация через фильтрующие элементы из фторопласта-4	АЭС[4)] и ААС[5)]
Оксид циркония	V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu	Осаждение основы в виде $ZrOCl_2$	Фильтрация	АЭС и ААС
Соединения серебра	Mn, Fe, Cd, Ni, Cu, Zn	Осаждение основы в виде AgCl		СФ[6)] и ААС
Соединения алюминия	Bi, Cd, Co, Fe, In, Ni, Ti, Zn	ПДКNH_4[2)], pH 3,0—3,3	Фильтрация через мембранный фильтр	ААС и АЭС
Соединения бария	V, Cr, Mn, Fe, Cu, Pb	Na_2S, коллектор CdS, pH 7—8	Фильтрация	АЭС
Соединения меди	Cd, Zn, Co, Fe, In, Mn, Ni, Tl, Pb	Осаждение основы тиоацетамидом		ААС и АЭС
Соединения хрома	Ag, Bi, Cd, Zn, Co, Cu, In, Ni, Tl, Pb	ГМДКГМА[3)], pH4	Сорбция на активированном угле	АЭС
Соединения магния	Ag, Cu, Zn, Fe, In, Mn, Tl, Pb	Коллектор $Mg(OH)_2$, pH 9—10		
Соединения марганца	Bi, Cd, Co, Cu, Fe, Ni, Pb, Tl	Ортофенантролин, коллектор AgI, pH 4—6	Фильтрация и растворение	АЭС
		Ксантогенат калия	Сорбция на активированном угле	
Соединения лантана	Al, Mo, Nb, Ta, W, V, Zr, Hf, Fe	Коллектор $La(OH)_3$, pH 9—10	Фильтрация	АЭС
Соединения щелочных и щелочно-земельных металлов	Ag, Bi, Cd, Co, Cu, Fe, In, Ni, Pb, Tl, Zn	ДДКNa, pH 8,4	Сорбция на активированном угле	
Соединения стронция и бария	Ag, Al, Au, Bi, Ga, Co, Cr, Fe, Cd, Cu, In, Mg, Mn и др.	Осаждение основы в виде карбонатов	Фильтрация	ААС и АЭС
Соединения вольфрама	Ag, Cd, Co, Cu, In, Ni, Pb, Tl, Zn	ДДКNa, pH 5—6	Сорбция на активированном угле	АЭС и РФС[7)]
Соединения NH_4F, NaCl, $MgCl_2$, Na_2SO_4	Mn, Co, Cu, Zn, Ag, Cd, Hg	8,8-дихинолилдисульфид, pH 5,8—10,0	Фильтрация, сорбция на активированном угле	АЭС и РФС
Соединения цинка	Ag, Bi, Cu, Cd, Co, Pb, Ni, Fe, In, Tl	Этилксантогенат калия, pH 4,8	Сорбция на активированном угле	АЭС

Окончание таблицы Б.1

1) ДДКNa — натрия N,N-диэтилдитиокарбамат 3-водный.
2) ПДКNH_4 — аммоний пирролидиндитиокарбамат.
3) ГМДКГМА — гексаметиламмоний гексаметилендитиокарбамат.
4) ААС — атомно-абсорбционная спектрометрия.
5) АЭС — атомно-эмиссионная спектроскопия.
6) СФ — спектрофотометрия.
7) РФС — рентгено-флуоресцентная спектроскопия.

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 осаждением и соосаждением

БЗ 5—2019/81

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 16.08.2019. Подписано в печать 27.08.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.
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