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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
20996.12—
2014**

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Атомно-абсорбционный метод определения меди, железа, теллура и свинца

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, применения, 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 (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2014 г. № 72-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
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 2 апреля 2015 г. № 209-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 20996.12—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 20996.12—82

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Характеристики показателей точности измерений 2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы 3
5 Метод измерений 3
6 Обработка результатов измерений 5
Библиография 6

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

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Атомно-абсорбционный метод определения меди, железа, теллура и свинца

Selenium for industrial use. Atomic-absorption method for determination of copper, iron, tellurium and plumbum

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает измерение массовой доли меди, железа, теллура, свинца методом атомно-абсорбционной спектроскопии в техническом селене в диапазоне массовых долей, представленных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовых долей компонента
Медь	От 0,003 до 0,060 включ.
Железо	От 0,004 до 0,60 включ.
Теллур	От 0,004 до 0,60 включ.
Свинец	От 0,001 до 0,060 включ.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 859—2014 Медь. Марки

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 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 9849—86 Порошок железный. Технические условия

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

ГОСТ 20996.0—2014 Селен технический. Общие требования к методам анализа

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

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

Издание официальное

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

ГОСТ ИСО 5725-6—2003[1] 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 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

Точность измерений массовой доли меди, железа, теллура, свинца 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, теллура, свинца при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
Медь	От 0,003 до 0,010 включ.	0,001	0,001	0,002
	Св. 0,010 до 0,030 включ.	0,003	0,002	0,004
	Св. 0,030 до 0,060 включ.	0,006	0,006	0,009
Железо	От 0,004 до 0,010 включ.	0,002	0,002	0,003
	Св. 0,010 до 0,020 включ.	0,004	0,004	0,006
	Св. 0,020 до 0,050 включ.	0,010	0,008	0,014
	Св. 0,05 до 0,10 включ.	0,02	0,01	0,03
	Св. 0,10 до 0,30 включ.	0,04	0,02	0,06
	Св. 0,30 до 0,60 включ.	0,06	0,04	0,08
Теллур	От 0,004 до 0,010 включ.	0,001	0,001	0,002
	Св. 0,010 до 0,030 включ.	0,004	0,004	0,006
	Св. 0,030 до 0,060 включ.	0,008	0,008	0,010
	Св. 0,060 до 0,100 включ.	0,010	0,010	0,014
	Св. 0,10 до 0,30 включ.	0,03	0,02	0,04
	Св. 0,30 до 0,60 включ.	0,04	0,04	0,06
Свинец	От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0008		0,0012
	Св. 0,003 до 0,006 включ.	0,001	0,001	0,002
	Св. 0,006 до 0,010 включ.	0,003	0,002	0,004
	Св. 0,010 до 0,030 включ.	0,007	0,006	0,010
	Св. 0,030 до 0,060 включ.	0,010	0,010	0,020

[1] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

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, теллур, свинец;
- компрессор воздушный;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- плиту нагревательную стеклокерамическую по [1] или аналогичную, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- колбы мерные 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- колбы 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;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- свинец по ГОСТ 3778, марки С0 и С1;
- медь по ГОСТ 859;
- железо по ГОСТ 9849;
- теллур металлический особой чистоты по [2].

Примечания

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 Метод измерений

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

Таблица 3 — Длины волн

Наименование определяемого компонента	Длина волны, нм
Медь	324,7
Железо	248,3
Теллур	214,3
Свинец	283,3
Примечание — Допускается применение других длин волн при условии обеспечения метрологических характеристик, приведенных в настоящем методе.	

5.1 Подготовка к выполнению измерений

5.1.1 Приготовление растворов известной концентрации

5.1.1.1 Приготовление растворов меди

При приготовлении раствора А с массовой концентрацией 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 азотной и соляной кислот (1 : 3) при кипячении 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 концентрацией 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.

5.1.1.2 Приготовление растворов железа

При приготовлении раствора А с массовой концентрацией железа 1 $мг/см^3$: навеску железа массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, растворяют в объеме от 30 до 35 $см^3$ смеси азотной и соляной кислот (1 : 3) при нагревании и упаривают раствор до сухих солей. Приливают от 100 до 120 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, кипятят в течение 5—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 концентрацией железа 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.

5.1.1.3 Приготовление растворов теллура

При приготовлении раствора А с массовой концентрацией теллура 1 $мг/см^3$: навеску теллура массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, растворяют в объеме от 20 до 25 $см^3$ смеси азотной и соляной кислот (1 : 3) при нагревании, кипятят до растворения навески и выпаривают раствор досуха. Приливают от 200 до 220 $см^3$ соляной кислоты, охлаждают и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б с массовой концентрацией теллура 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.

5.1.1.4 Приготовление растворов свинца

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

5.1.2 Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью 100 $см^3$ помещают: 0,2; 0,5; 1,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 $см^3$ растворов Б меди, железа, свинца и 0,5; 1,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 $см^3$ раствора Б теллура. В каждую колбу приливают от 1 до 2 $см^3$ соляной кислоты, доливают водой до метки 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.

5.2 Выполнение измерений

5.2.1 Общие требования к методу измерений в соответствии с ГОСТ 20996.0.

5.2.2 Навеску селена массой от 1 до 5 г (в зависимости от массовой доли компонента и чувствительности прибора) помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают от 40 до 50 $см^3$ смеси азотной и соляной кислот (1 : 3) и растворяют при нагревании до получения объема 3—5 $см^3$. Приливают от 50 до 60 $см^3$ воды и кипятят в течение 5—7 мин, охлаждают и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до метки 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 единицы. 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 массовую концентрацию 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 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.

6 Обработка результатов измерений

6.1 Массовую долю компонента X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot V_1}{m \cdot V_2 \cdot 10000}, \quad (1)$$

где m_1 — массовая концентрация компонента, найденная по градуировочному графику мкг/см^3;

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

V_1 — объем анализируемого раствора после разведения, см^3;

V_2 — объем аликвоты раствора, см^3;

m — масса навески селена, г.

6.2 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 ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1).

6.3 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 среднее арифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6.

Библиография

[1] Технические условия ТУ 4389-001-44330709—2008 Плита нагревательная стеклокерамическая встраиваемая LOIP LH-304

[2] Технические условия ТУ 48-0515-028—89 Теллур металлический особой чистоты марки «Экстра»

УДК 669.776:546.22:006.354 МКС 77.120.99 В59

Ключевые слова: селен технический, измерение массовой доли меди, железа, теллура методом атомно-абсорбционной спектроскопии, средства измерений, обработка результатов измерений

Редактор *А.А. Лиске*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 23.04.2015. Подписано в печать 13.05.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 33 экз. Зак. 1873.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru