

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ВЕЩЕСТВА ОСОБО ЧИСТЫЕ

МЕТОД КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ МИКРОПРИМЕСЕЙ ИОННЫМ ОБМЕНОМ

ГОСТ 27869—88
(СТ СЭВ 6026—87)

Издание официальное

БЗ 11—88/729

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 54-482.001.4 : 006.354 Группа Л59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВЕЩЕСТВА ОСОБО ЧИСТЫЕ

Метод концентрирования микропримесей ионным обменом

ГОСТ 27869—88

High purity substances.
Method for concentration of microimpurities by ion exchange

(СТ СЭВ 6026—87)

ОКСТУ 2609

Дата введения 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на жидкие особо чистые вещества и устанавливает метод концентрирования микропримесей химических элементов ионным обменом следующими способами:

способ 1 — динамическая сорбция примесей;

способ 2 — статическая сорбция примесей;

способ 3 — сорбция вещества-основы,

с целью последующего аналитического определения химических элементов.

1. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1.1. При проведении концентрирования следует соблюдать требования ГОСТ 27025.

1.2. Масса навески, применяемый способ подготовки пробы и проведения концентрирования должны быть указаны в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

1.3. Концентрирование следует проводить в помещениях, соответствующих классу чистоты 100 по ГОСТ 25991, а также в ламинарных боксах или в вытяжных устройствах с отфильтрованным воздухом.

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

1.5. При концентрировании микропримесей по способу 1 следует соблюдать следующие основные требования:

обмен ионами должен быть количественным;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1989

микропримеси должны быть количественно элюированы;

ионообменник не должен загрязнять во время элюирования концентрируемый раствор;

ионообменные процессы должны быть воспроизводимы.

1.6. При проведении концентрирования допускается использование импортной аппаратуры и посуды по точности, а материалов и реактивов по качеству, не уступающих отечественным аналогам.

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.1. Колонка ионообменная из кварцевого или боросиликатного стекла или полимерного материала, представляющая собой трубку, суженную книзу, имеющую устройство для регулирования скорости протекания жидкости и упор, поддерживающий слой сорбента (сетки) из кварцевого или боросиликатного стекла или полимерного материала. Размеры колонки должны соответствовать указанным в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

2.2. Ионит должен соответствовать указанному в нормативно-технической документации на испытуемое вещество (например, катионит КУ-2, анионит, ионитовые мембранные фильтры).

2.3. Устройство для перемешивания растворов (например, мешалка магнитная, размешиватель мешалки должен быть запаян в трубку из кварцевого или боросиликатного стекла или из полимерного материала).

2.4. Сетка из полимерных материалов, проверенная на отсутствие определяемых элементов используемым аналитическим методом.

2.5. Фильтр пористый (нутч-фильтр) из кварцевого стекла или фторопласта.

2.6. Стаканчик для взвешивания типа СН или СВ по ГОСТ 25336 или стакан из кварцевого стекла или полимерного материала.

2.7. Воронка из химически стойкого стекла по ГОСТ 25336 или воронка из кварцевого стекла или полимерного материала.

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

2.9. Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147.

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

2.11. Колба мерная по ГОСТ 1770 или колба мерная из кварцевого стекла или полимерного материала.

2.12. Лопатка из кварцевого стекла или полимерного материала.

2.13. Пипетки по ГОСТ 20292.

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

2.15. Цилиндр мерный по ГОСТ 1770 или цилиндр мерный из кварцевого стекла или полимерного материала.

2.16. Чашки кварцевые по ГОСТ 19908 или чашки из полимерного материала.

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

2.18. Вода, 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; хранят в сосудах из кварцевого стекла или полимерного материала. Перед употреблением воду следует проверить на содержание определяемых элементов по нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

Воду считают пригодной для использования, если содержание в ней определяемых элементов, обнаруженных в элюате после пропускания применяемой воды через ионит в условиях проведения концентрирования, будет на порядок меньше, чем указано в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

2.19. Водорода перекись (водорода пероксид) особой чистоты.

2.20. Кислота серная особой чистоты 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.

2.21. Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261 или кислота соляная по ГОСТ 3118, очищенная перегонкой в приборе из кварцевого стекла под вакуумом (продукт должен соответствовать требованиям ГОСТ 14262) концентрированная и раствор с массовой долей 5%.

2.22. Натрия гидроксид (натрия гидроокись) особой чистоты или химически чистый по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 4% или концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3.

2.23. Бумага индикаторная универсальная.

2.24. Проверку применяемых реактивов и воды на содержание определяемых элементов проводят в условиях концентрирования испытуемого вещества и используют аналитический метод, не уступающий по точности аналитическому методу, используемому для испытания.

3. ПОДГОТОВКА К КОНЦЕНТРИРОВАНИЮ

3.1. **Подготовка посуды и проб к концентрированию**

3.1.1. Сосуд, из которого отбирается проба для концентрирования микропримесей, следует очистить от пыли в потоке отфильтро-

ванного воздуха в ламинарном боксе или вытяжном устройстве с отфильтрованным воздухом. Для отбора пробы следует открыть крышку сосуда с пробой в условиях, соответствующих классу чистоты 100 по ГОСТ 25991, и перенести пробу в чистый сосуд.

Используемую посуду следует обработать и проверить на чистоту в соответствии с пп. 3.1.2 и 3.1.3.

3.1.2. Перед использованием новой лабораторной посуды следует обработать ее раствором диэтилдитиокарбамата аммония при 20—25°С и промыть водой, после чего следует промыть большим количеством воды или обработать парами азотной кислоты, после чего — парами воды.

Бывшую в употреблении посуду следует обработать раствором соляной кислоты и промыть водой.

3.1.3. Проверку чистоты лабораторной посуды проводят путем анализа использованной для последней промывки воды. Лабораторную посуду считают чистой, если нельзя установить разницы в концентрации элементов между используемой для промывки водой и водой от последней промывки.

Не допускается дотрагиваться руками до поверхностей, которые будут контактировать с испытуемой пробой.

3.1.4. Отбор и перенос жидкой пробы в сосуд, предварительно подготовленный для проведения концентрирования и промытый частью пробы, производят с помощью цилиндра и воронки.

Отбор твердой пробы производят кварцевой или полиэтиленовой лопаткой в сосуд с притертой крышкой из тех же материалов.

Труднорастворимые особо чистые вещества переводят в растворимое состояние, как описано в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

3.2. **Подготовка ионита к концентрированию**

3.2.1. Подготовка катионита

В химический стакан помещают 400 см^3 раствора соляной кислоты и прибавляют порциями при постоянном перемешивании ионит до тех пор, пока стакан не будет наполовину заполнен ионитом. Затем добавляют раствор соляной кислоты в таком количестве, чтобы поверхность жидкости находилась на 5 см выше поверхности ионита.

Смесь перемешивают палочкой из кварцевого стекла или полимерного материала и оставляют на 30 мин.

Раствор кислоты декантируют, а в стакан таким же способом прибавляют новую порцию раствора соляной кислоты и оставляют смесь на 1 ч, периодически перемешивая. Процесс повторяют еще раз.

После этого раствор соляной кислоты сливают, ионит пятикратно промывают водой в том же стакане, каждый раз перемешивая и оставляя на 5 мин, декантируя промывную воду. Затем ионит переносят на пористый фильтр и промывают его 1 дм^3 воды, отса-

сывая ее в течение 2 мин. Подготовленный таким образом ионит помещают в герметично закрывающийся сосуд и покрывают водой, если нет необходимости в немедленном употреблении.

3.2.2. Подготовка анионита

Предварительную подготовку анионита проводят по п. 3.2.1, используя вместо раствора соляной кислоты раствор гидроксида натрия.

3.2.2.1. *Получение хлоридной формы ионита*

Ионит, подготовленный по п 3.2.2, переносят в химический стакан и прибавляют при перемешивании раствор соляной кислоты так, чтобы поверхность жидкости была на 5 см выше поверхности ионита. Смесь оставляют на 5 ч, периодически перемешивая. Затем декантируют раствор кислоты, пять раз промывают ионит водой, каждый раз перемешивая смесь и оставляя на 5 мин. Затем переносят ионит на пористый фильтр и промывают 1 $дм^3$ воды, отсасывая ее в течение 2 мин. Подготовленный таким образом ионит помещают в герметически закрывающийся сосуд и покрывают водой, если нет необходимости в немедленном употреблении.

3.2.2.2. Допускается использование ионитов в другой аналитической форме, что должно быть указано в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

3.3. **Подготовка пробы**

Подготовку пробы проводят в соответствии с нормативно-технической документацией на испытуемое вещество.

Допускается вводить в раствор испытуемого вещества комплексообразующие или другие реагенты для перевода вещества-основы или микропримесей в нужную химическую форму.

3.4. **Подготовка ионообменной колонки для проведения концентрирования по способу 1**

Заполнение колонки производят следующим образом: в колонку помещают сетку из полимерного материала. Заполняют колонку на одну треть водой и вносят порциями ионит, подготовленный по п. 3.2, не допуская образования пузырьков воздуха в слое. Для этого перемешивают ионит палочкой из кварцевого стекла или полимерного материала. Прибавление ионита продолжают до тех пор, пока не заполнят рабочий объем колонки, при этом периодически сливают воду, вытесняемую ионитом так, чтобы слой ионита был покрыт слоем жидкости толщиной не менее 1 см.

После заполнения колонки слой ионита покрывают сеткой из полимерного материала. На колонку ставят капельную воронку с водой и регулируют расход воды таким образом, чтобы за 1 мин стекало каплями 5—10 $см^3$ воды. Промывание ионита в колонке водой продолжают до тех пор, пока содержание определяемых элементов в промывной воде будет такое же, как содержание этих же элементов в применяемой воде, при использовании того же анали-

тического метода, который указан в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

4. ПРОВЕДЕНИЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ

4.1. Способ 1. Динамическая сорбция примесей

4.1.1. Концентрирование микропримесей проводят, как промывку ионита в колонке, по п. 3.4.

4.1.2. В нормативно-технической документации на испытуемое вещество должны быть указаны следующие данные:

способ подготовки испытуемой пробы;

объем (масса навески) испытуемой пробы;

растворитель;

данные о применяемой ионообменной колонке;

применяемый ионит;

способ подготовки к работе и регенерации ионита (при необходимости);

расход жидкости, протекающей через колонку;

применяемый элюент, его объем;

максимальный объем раствора, который следует отбрасывать;

собираемый объем раствора;

способ обработки раствора для последующего аналитического определения элементов;

аналитический метод определения элементов.

4.1.3. После проведения не более 10 операций концентрирования следует регенерировать ионит.

4.1.4. Если ионообменная колонка не используется более 8 ч, то перед началом работы ее следут промыть 30 см³ воды.

4.1.5. При проведении концентрирования необходимо следить за постоянством расхода (скорости протекания) жидкости и не допускать обнажения слоя ионообменника.

4.2. Способ 2. Статическая сорбция примесей

4.2.1. В стакан с крышкой вместимостью 25 см³ или 50 см³ помещают навеску ионита и раствор испытуемой пробы, доводят pH до необходимого значения по универсальной индикаторной бумаге и добавляют при необходимости реактивы или их смеси.

Стакан помещают в устройство для перемешивания и выдерживают необходимое время, указанное в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

4.2.2. Ионит подвергают дальнейшему испытанию одним из способов, указанных в пп. 4.2.2.1, 4.2.2.2 или 4.2.2.3.

4.2.2.1. Примеси определяют непосредственно в ионите атомно-абсорбционным или атомно-эмиссионным методом.

4.2.2.2. Ионит помещают в кварцевую чашку и заливают необходимым количеством элюента, указанного в нормативно-технической документации на испытуемое вещество, выдерживают необхо-

димое время при определенной температуре. Элюент декантируют и подвергают анализу.

4.2.2.3. Ионит помещают в кварцевую чашку и проводят сухое или мокрое озоление.

При сухом озолении чашку устанавливают в муфельную печь, температура и время озоления должны быть указаны в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

Сухой остаток смывают необходимым количеством выбранного растворителя и подвергают дальнейшему анализу.

При мокром озолении используют различные окислительные смеси (например, серная кислота — пероксид водорода; азотная кислота — серная кислота).

Процесс проводят до полного окисления ионита (до осветления раствора). Состав и объем окислительной смеси и температура должны быть указаны в нормативно-технической документации на испытуемое вещество. Полученный раствор подвергают дальнейшему анализу.

4.2.3. В нормативно-технической документации на испытуемое вещество должны быть указаны следующие данные:

способ подготовки испытуемой пробы;

навеска испытуемой пробы;

применяемый ионит;

объем воды;

pH раствор и раствор для доведения pH до нужного значения;

время выдержки и температура;

способ обработки ионита (при необходимости);

аналитический метод определения элементов.

4.3. **Способ 3. Сорбция вещества-основы**

4.3.1. Раствор пробы, подготовленной по п. 3.3, пропускают через ионообменную колонку для сорбции вещества-основы, мешающего дальнейшему анализу.

4.3.2. Фильтрат, содержащий микропримеси, подвергают анализу непосредственно или после дальнейшего концентрирования.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

ОПИСАНИЕ МЕТОДА КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ МИКРОПРИМЕСЕЙ ИОННЫМ ОБМЕНОМ В ЛЕГИРОВАННОМ ДИОКСИДЕ КРЕМНИЯ ДЛЯ ПОСЛЕДУЮЩЕГО АНАЛИЗА МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

1. Аппаратура, реактивы, растворы и материалы

Аппаратура, реактивы, растворы и материалы — по пп. 2.1—2.18, 2.20, 2.23 настоящего стандарта.

Аммиак водный особой чистоты.

Сульфокатионит фракции 0,1—0,25 мм, в водородной форме, подготовленной по п. 3.2.1 настоящего стандарта.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, раствор с массовой долей 18%.

Кислота щавелевая особой чистоты, раствор с массовой долей 5%.

Порошок угольный (графитовый ос. ч.).

Кислота лимонная особой чистоты, раствор с массовой долей 0,6% в растворе соляной кислоты.

Кислота фтористоводородная особой чистоты.

Ортофенантролин хлорид (1,10-фенантролин хлорид), раствор с массовой долей 0,5%.

Гидразина хлорид, ч. д. а., очищенный перекристаллизацией, раствор с массовой долей 0,5%.

Автоклав лабораторный с фторопластовым сосудом (аппарат для растворения).

2. Подготовка к концентрированию

2.1. Подготовку посуды и проб проводят по п. 3.1 настоящего стандарта.

2.2. Подготовка сульфокатионита

150 г сульфокатионита помещают в стакан, заливают водой и замачивают в течение 1 сут. Сливают воду и проводят подготовку катионита к концентрированию, как указано в п. 3.2.1 настоящего стандарта, используя вместо раствора соляной кислоты раствор щавелевой кислоты; при этом смесь выдерживают при перемешивании и при нагревании до 60°С в течение 15—20 мин. Затем катионит переносят в колонку и пропускают через нее 1 $дм^3$ раствора лимонной кислоты, после чего промывают водой до нейтральной реакции.

2.3. Подготовка пробы

3,00 г пробы растворяют в лабораторном автоклаве в 11 $см^3$ фтористоводородной кислоты. Раствор разбавляют кислотой до 30 $см^3$ и делят на три равные части, каждая из которых соответствует 1,00 г испытуемого вещества.

К каждому раствору прибавляют по 2 $см^3$ растворов хлоридов ортофенантролина и гидразина, нагревают до 60—70°С, нейтрализуют до pH 3—4 и охлаждают до комнатной температуры.

3. Проведение концентрирования

3.1. Проведение концентрирования пробы

Подготовленные по п. 2.3 растворы испытуемого вещества помещают в полиэтиленовые банки, добавляют по 0,1 г воздушно-сухого катиона, подготовленного по п. 2.2, и перемешивают в устройстве для перемешивания в течение 1 ч.

Растворы сливают, катионит промывают пять раз водой порциями по 15 см^3 в течение 10 мин, переносят его в кварцевые тигли, разбавляют по 0,5 см^3 серной кислоты и нагревают до появления дыма, затем прибавляют по каплям, избегая разбрызгивания, пероксид водорода до полного обесцвечивания растворов, вносят в тигли по 20 мг угольного порошка и упаривают досуха.

Концентраты примесей подвергают аналитическому определению атомно-эмиссионным методом по ГОСТ 27566.

3.2. Проведение контрольного опыта

Контрольный раствор, содержащий все вещества и растворы, использованные при проведении концентрирования пробы, но не содержащий испытуемого вещества, проводят через все стадии концентрирования по п. 3.1.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством химической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Т. Г. Манова, канд. хим. наук (руководитель темы); **В. З. Красильщик**, канд. хим. наук; **В. Ю. Зельвенский**, канд. хим. наук; **Н. П. Никонова**; **Л. С. Сиушева**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.10.88 № 3574

3. **Срок первой проверки — 1997 г.**

4. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6026—87**

5. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 1770—74	2.11; 2.15
ГОСТ 3118—77	2.21
ГОСТ 4204—77	2.20
ГОСТ 4328—77	2.22
ГОСТ 9147—80	2.9
ГОСТ 14261—78	2.21, Приложение
ГОСТ 14262—78	2.20; 2.21
ГОСТ 19908—80	2.10; 2.14; 2.16
ГОСТ 20292—74	2.13
ГОСТ 25336—82	2.6; 2.7; 2.8; 2.10; 2.14
ГОСТ 25991—83	1.3; 3.1.1
ГОСТ 27025—86	1.1
ГОСТ 27566—87	Приложение

Редактор *Н. В. Бобкова*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *В. И. Варенцова*

Сдано в наб. 18.11.88 Подп. в печ. 19.12.88 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,67 уч.-изд. л. Цена 5 коп.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 3193