ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ВЕЩЕСТВА ОСОБО ЧИСТЫЕ

МЕТОД КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ МИКРОПРИМЕСЕЙ ЭКСТРАКЦИЕЙ

ГОСТ 27868—88
(СТ СЭВ 6025—87)

Издание официальное

Б3 11—88/730

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 экстракцией

ГОСТ 27868—88

High purity substances. Method for concentration of microimpurities by extraction

(СТ СЭВ 6025—87)

ОКСТУ 2609

Дата введения 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

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 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:

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1989

экстракция определяемых микропримесей должна быть количественной либо степень экстракции должна быть учтена при аналитическом определении элементов;

при использовании групповых методов аналитического определения элементов число экстрагируемых микропримесей должно быть максимальным; следует применять экстракционные реагенты группового действия (или смеси их);

следует создавать оптимальную реакцию среды и выбирать оптимальную концентрацию реагента;

следует учитывать влияние макрокомпонента;

при необходимости следует применять высаливатели или комплексообразующие вещества для связывания макрокомпонента или нежелательных примесей;

следует использовать органический концентрат для дальнейшего непосредственного определения микропримесей различными методами (например, методом атомно-эмиссионной спектроскопии, атомно-абсорбционной спектрометрии, пламенной фотометрии и другими методами) либо минерализовать концентрат перед аналитическим испытанием.

1.6. При концентрировании микропримесей по способу 2 следует соблюдать следующие основные требования:

определяемые микропримеси должны количественно оставаться в водной фазе либо потери должны быть учтены при аналитическом определении элементов;

следует полностью удалить из раствора макрокомпонент, если в нормативно-технической документации на продукт нет других указаний.

Следует проводить концентрирование по способу 2, если макрокомпонент имеет относительно простой состав (например, соли, оксиды).

При проведении концентрирования следует использовать минимальное число и количество реагентов.

1.7. Избирательное концентрирование, при котором из пробы выделяют один элемент или последовательно ряд элементов, рекомендуется применять в сочетании с фотометрическим, флуориметрическим, полярографическим, пламенно-фотометрическим и атомно-абсорбционным методом, т. е. в тех случаях, когда одновременное присутствие в концентрате нескольких элементов может исказить результаты анализа.

1.8. Групповое концентрирование, при котором за один прием концентрируют несколько элементов, рекомендуется применять в сочетании с атомно-эмиссионным или рентгено-флуоресцентным методом определения.

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

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

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

1.11. При проведении концентрирования используют реактивы квалификации х. ч., если в нормативно-технической документации на испытуемое вещество нет других указаний. Допускается применять реактивы наивысшей степени чистоты, выпускаемые промышленностью, или специально очищенные реактивы.

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

1.12. 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. Автоклав лабораторный с фторопластовым сосудом, позволяющий проводить растворение труднорастворимых испытуемых веществ.

2.2. Плитка электрическая с закрытой спиралью и плавной регулировкой температуры.

2.3. Прибор для перегонки из кварцевого стекла с дефлегматором.

2.4. Термостат любого типа.

2.5. Печь кварцевая, позволяющая проводить нагрев до 200°С.

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. Бумага индикаторная универсальная.

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

2.19. Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147, раствор разбавленный 1 : 10 и раствор с массовой долей 1%.

2.20. Ацетилацетон по ГОСТ 10259, 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.

2.21. Ацетон особой чистоты.

2.22. Бутилацетат (бутиловый эфир уксусной кислоты), ч. д. а., очищенный перегонкой в приборе из кварцевого стекла.

2.23. Вода, дважды перегнанная в приборе из кварцевого стекла или деионизированная, дополнительно профильтрованная через мембранный фильтр с размером пор 0,2 μм 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, если содержание определяемых элементов не будет превышать указанных норм.

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

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

2.26. Соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты (ди-Na-ЭДТА); соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная, трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор,

не содержащий железа, концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_6 \cdot 2H_2O$) = =0,1 моль/дм³, очищают таким же образом, как при проведении концентрирования, или следующим образом: к 250 см³ соответствующего раствора реактива добавляют 2,5 см³ раствора перхлората натрия с массовой долей 5%, 0,25 г гидроксиламина гидрохлорида, 0,025 г ортофенантролина и взбалтывают; реакцию можно ускорить подогреванием на водяной бане с температурой 80—90°С.

Раствор ди-Na-ЭДТА перед добавлением реактивов доводят до pH 7 с помощью раствора гидроксида натрия и подогревают при температуре не выше 50°С.

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

2.27. Дитизон по ГОСТ 10165, ч. д. а. или ч., очищенный многократной перекристаллизацией из трихлорметана (хлороформа) следующим образом: 1,00 г препарата растворяют в 100 см³ трихлорметана, нерастворившийся остаток отделяют фильтрованием, раствор препарата в трихлорметане промывают несколькими порциями по 100 см³ раствора 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 слегка подкисляют разбавленной соляной кислотой, а выпавший осадок дитизона извлекают несколькими порциями по 20 см³ трихлорметана; 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.

2.28. 1,2-Дихлорэтан (этилен хлористый), ч. д. а. или ч., очищенный перегонкой.

2.29. Диэтиламмония гексаметилендитиокарбамат.

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

2.31. Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125 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/дм³.

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

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

2.34. Кислота серная ос. ч. по ГОСТ 14262 или реактив по ГОСТ 4204, очищенные перегонкой в приборе из кварцевого стекла под вакуумом; продукт перегонки должен соответствовать требованиям ГОСТ 14262.

2.35. Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261 или реактив по ГОСТ 3118, очищенные перегонкой в приборе из кварцевого стекла под вакуумом (продукт перегонки должен соответствовать требованиям ГОСТ 14261), концентрированная и раствор с массовой долей 25%.

2.36. Кислота уксусная особой чистоты по ГОСТ 18270 или реактив по ГОСТ 61, очищенные перегонкой в приборе из кварцевого стекла либо пропусканием через сильно кислотный катионит; очищенный продукт должен соответствовать требованиям ГОСТ 18270.

2.37. Кислота фтористоводородная особой чистоты или реактив по ГОСТ 10484—78, очищенные перегонкой в приборе из фторопласта или платины; продукт перегонки должен соответствовать требованиям на особо чистую продукцию.

2.38. Метилизобутилкетон, ч., очищенный перегонкой в вакууме.

2.39. Натрия ацетат (натрий уксуснокислый) 3-водный по ГОСТ 199, раствор, не содержащий железа, концентрации c ($C_2H_3O_2Na \cdot 3H_2O$) = 1 моль/дм^3; готовят, как указано в п. 2.26.

2.40. Натрий гидроксид (натрия гидроокись) по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1.

2.41. Натрия N,N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, ч. д. а. или ч., очищенный многократной перекристаллизацией из водного раствора или двукратной экстракцией примесей трихлорметаном из водного раствора, или выделением препарата с помощью диэтилового эфира из насыщенного спиртового раствора. 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, несколько раз промывают диэтиловым эфиром порциями по 40—50 см^3 и сушат на воздухе.

2.42. Натрий 8-меркаптохинолинат.

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

2.44. Натрий сульфат безводный (натрий сернокислый безводный) по ГОСТ 4166.

2.45. Натрий тартрат (натрий виннокислый 2-водный) по ГОСТ 3656, раствор, не содержащий железа, концентрации c ($C_4H_5O_6Na \cdot 2H_2O$) = 1 моль/дм^3; готовят, как указано в п. 2.26.

2.46. Натрий цитрат (натрий лимоннокислый водный), раствор, не содержащий железа, концентрации c ($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$) = = 1 моль/дм³; готовят, как указано в п. 2.26.

2.47. 8-оксихинолин, ч. д. а. или ч., очищенный многократной перекристаллизацией из трихлорметана или перегонкой следующим образом: в перегонную колбу помещают 0,5 дм³ воды, 1 г ди-Na-ЭДТА и 50—70 г препарата и перегоняют в приемную колбу из кварцевого стекла; твердую фазу отсасывают на воронке Бюхнера и сушат на воздухе; очищенный препарат хранят в посуде из кварцевого стекла или полимерных материалов в темноте.

2.48. Тетрахлорметан (углерод четыреххлористый) по ГОСТ 20288, очищенный следующим образом: к 1000 см³ препарата добавляют 1 г дитизона и взбалтывают; если при этом раствор не окрасится в зеленый цвет, добавляют дитизон до тех пор, пока не появится зеленое окрашивание раствора; затем тетрахлорметан перегоняют в приборе из кварцевого стекла.

2.49. Трибутилфосфат (трибутиловый эфир фосфорной кислоты) особой чистоты.

2.50. Трихлорметан (хлороформ), очищенный перегонкой в приборе из кварцевого стекла, стабилизированный 0,5% этанола.

2.51. 4,7-Фенантролин (парафенантролин, батофенантролин).

2.52. 1,10-Фенантролин (ортофенантролин).

2.53. Спирт этиловый (этанол) ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшей очистки, очищенный перегонкой или особо чистый.

3. ПОДГОТОВКА ПОСУДЫ И ПРОБ К КОНЦЕНТРИРОВАНИЮ

3.1. Сосуд, из которого отбирается проба для концентрирования микропримесей, следует очистить от пыли в потоке отфильтрованного 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. 3.2 и 3.3.

3.2. 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.

3.3. 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.

3.4. Отбор и перенос жидкой пробы в сосуд, предварительно подготовленный для проведения концентрирования и промытый частью пробы, производят с помощью мерного 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.

3.5. Растворы следует готовить в небольших количествах и использовать их в течение недели.

4. ПРОВЕДЕНИЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ

4.1. **Способ 1.**

4.1.1. 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 нормативно-технической документации на испытуемое вещество, или в разд. 2 настоящего стандарта.

При добавлении каждого реагента раствор взбалтывают, выдерживают при комнатной температуре, снова встряхивают, добавляют соответствующий экстрагент и тщательно встряхивают в течение определенного времени.

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.

Отмытый объединенный экстракт смешивают с экстрактом, полученным при обработке промывных вод, помещают порциями в кварцевую чашку и упаривают под инфракрасной лампой по ГОСТ 27565.

4.1.2. При дальнейшем аналитическом определении примесей методом атомно-эмиссионной спектроскопии в случае необходимости перед упариванием экстракта в кварцевую чашку добавля-

ют навеску коллектора, например, угольного (графитового) порошка.

В случае необходимости удаления оставшейся органической части чашку с концентратом микропримесей помещают в кварцевую печь и нагревают при 200°С, после чего примеси со стенок чашки смывают раствором кислоты, указанной в нормативно-технической документации на испытуемое вещество, и проводят аналитическое определение элементов.

4.1.3. В случае, если микропримеси не извлекаются количественно, водную фазу после концентрирования примесей по п. 4.1.1 используют для нахождения фактора пересчета. Для этого в водную фазу добавляют известную массу определяемых элементов и проводят экстракционное концентрирование и определение элементов по пп. 4.1.1 и 4.1.2.

Отношение найденной массы примесей к введенной массе (фактор пересчета) учитывают при вычислении концентрации элементов в испытуемой пробе. Фактор пересчета определяют как среднее арифметическое между результатами параллельных определений, количество которых должно быть указано в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

4.1.4. Допускается для вычисления массы примесей применение метода добавок. При этом в растворы проб вводят известные массы определяемых элементов (добавок) и подвергают эти растворы экстракционному концентрированию по п. 4.1.1.

4.2. **Способ 2**

4.2.1. 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 pH при добавлении определенного экстракта в зависимости от свойств основы.

4.2.2. Если водный раствор содержит примеси, мешающие дальнейшему аналитическому определению, то после экстракционного отделения вещества-основы (органической фазы) следует провести дополнительные операции, указанные в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

4.2.3. В случае, если имеются потери определяемых примесей за счет соэкстракции с веществом—основой или подавления экстракции примесей веществом-основой в растворы пробы входят известные массы определяемых элементов (добавки) и подвергают эти растворы концентрированию по пп. 4.2.1 и 4.2.2.

В этом случае вычисление концентрации элементов в испытуемой пробе при аналитическом их определении проводят методом добавок.

4.3. **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 п. 4.1.

Результаты контрольного опыта учитывают при дальнейшем аналитическом определении микропримесей.

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

способ подготовки испытуемой пробы;

навеска испытуемой пробы;

применяемый растворитель и его объем;

экстрагенты и их объемы;

pH концентрируемого раствора и реактив для доведения pH до нужного значения;

количество добавляемых реагентов и порядок их добавления;

время встряхивания;

количество экстракций;

применяемый раствор для промывки;

объем упаренного концентрата (при необходимости);

способ приготовления растворов сравнения и контрольного раствора;

количество параллельных определений для вычисления фактора пересчета (при необходимости).

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

ОПИСАНИЕ МЕТОДА КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ МИКРОПРИМЕСЕЙ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ ЭКСТРАКЦИЕЙ В ИОДИДЕ НАТРИЯ ОСОБОЙ ЧИСТОТЫ ДЛЯ ПОСЛЕДУЮЩЕГО АНАЛИТИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

1. Аппаратура, реактивы, растворы и материалы

Аппаратура, реактивы, растворы и материалы — по пп. 2.1, 2.5, 2.6, 2.10, 2.12, 2.15, 2.16, 2.50, 2.53 настоящего стандарта.

Воронка делительная ВД-1(2,3)—250ХС по ГОСТ 25336 или воронка делительная из кварцевого стекла.

Пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292,

Лампа инфракрасная.

Аммиак водный по п. 2.19 настоящего стандарта, раствор (1 : 10).

Натрия N,N-диэтилдитиокарбамат, очищенный по п. 2.41 настоящего стандарта, раствор с массовой долей 0,05%.

Натрия иодид (натрий иодистый), проверенный на отсутствие определяемых элементов (или с установленным их содержанием).

Натрия хлорид (натрий хлористый) ос.ч.

8-Оксихинолин, очищенный по п. 2.47 настоящего стандарта, раствор в ацетоне с массовой долей 1%.

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

Порошок угольный (графитовый) ос.ч.

2. Подготовка к концентрированию

2.1. Подготовку посуды и проб к концентрированию проводят по разд. 3 настоящего стандарта.

3. Проведение концентрирования

3.1. Проведение концентрирования пробы

20,00 г испытуемого вещества растворяют в 100 см³ воды, помещают раствор в делительную воронку и доводят pH раствором аммиака до pH 6—7, добавляют 5 см³ раствора ПАН.

Полученный раствор встряхивают, выдерживают 20 мин при комнатной температуре, прибавляют 2 см³ диэтилдитиокарбамата натрия (ДДКNa), тщательно встряхивают и снова выдерживают 10 мин. Затем прибавляют к раствору 10 см³ трихлорметана (хлороформа), встряхивают и после четкого разделения фаз органический слой сливают в коническую колбу с притертой пробкой.

Водную фазу обрабатывают раствором 8-оксихинолина.

Раствор встряхивают, выдерживают 10 мин, добавляют 10 см³ 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 см³ воды, насыщенной трихлорметаном и очищенной от следов иодида натрия встряхиванием в течение 5 мин.

Во избежание потерь промывные воды обрабатывают 1 см³ раствора ПАН, 0,2 см³ раствора ДДКNa и экстрагируют 1 см³ трихлорметана в течение 3 мин.

Отмытый объединенный экстракт смешивают с экстрактом, полученным при обработке промывных вод, помещают порциями в кварцевую чашку, добавляют 50 мг угольного порошка и упаривают досуха под инфракрасной лампой. Для удаления оставшейся 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.

3.2. Приготовление растворов сравнения

В три делительные воронки помещают по 100 см³ 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 pH раствором аммиака до 6—7.

Остальные операции проводят, как при подготовке испытуемой пробы.

Определение массовой доли химических элементов методом атомно-эмиссионной спектроскопии по ГОСТ 27566 проводят в концентрате, содержащем не менее $1 \cdot 10^{-7}$% Ag и Cu; $1 \cdot 10^{-6}$%, Co, Fe, Ca, Ni.

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; **А. И. Сухановская**, 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 № 3573

3. **СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ** — 1997 г.

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6025—87.

5. Введен впервые

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 61—75	2.36
ГОСТ 199—78	2,39
ГОСТ 1770—74	2.11; 2,15
ГОСТ 3118—77	2.35
ГОСТ 3652—69	2.33
ГОСТ 3656—78	2.45
ГОСТ 4166—76	2.44
ГОСТ 4204—77	2.34
ГОСТ 4328—77	2,40
ГОСТ 4461—77	2,31
ГОСТ 5456—79	2,25
ГОСТ 5817—77	2.32
ГОСТ 7298—79	2.24
ГОСТ 8864—71	2,41
ГОСТ 9147—80	2,9
ГОСТ 10165—79	2,27
ГОСТ 10259—78	2,20
ГОСТ 10484—78	2,37
ГОСТ 10652—73	2,26
ГОСТ 11125—84	2,31
ГОСТ 14261—77	2,35
ГОСТ 14262—78	2.34
ГОСТ 18270—72	2,36
ГОСТ 18300—87	2,53
ГОСТ 19908—80	2.10; 2.14; 2.16
ГОСТ 20288—74	2.48

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 20292—74	2.13, приложение
ГОСТ 24147—80	2.19
ГОСТ 25336—82	2.6; 2.7; 2.8; 2.10; 2.14, приложение
ГОСТ 25794.1—82	2.40
ГОСТ 25991—83	1.3; 3.1
ГОСТ 27025—86	1.1
ГОСТ 27565—87	4.1.1
ГОСТ 27566—87	Приложение

Редактор *Н. В. Бобкова*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *В. И. Варенцова*

Сдано в наб. 18.11.88 Подп. к печ. 05.01.89 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,87 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. 3194