ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ВЕЩЕСТВА ОСОБО ЧИСТЫЕ

МЕТОД АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ В ЖИДКОФАЗНЫХ ВЕЩЕСТВАХ

ГОСТ 27566—87
(СТ СЭВ 5772—86)

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 54—482:543.06:006.354 Группа Л59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВЕЩЕСТВА ОСОБО ЧИСТЫЕ

Метод атомно-эмиссионной спектроскопии для определения примесей химических элементов в жидкофазных веществах

Superpure substances.
Method of atomic emission spectroscopy for determination of chemical elements impurities in liquid-phase substances

ГОСТ 27566—87
(СТ СЭВ 5772—86)

ОКСТУ 2609

Дата введения с 01.07.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на особо чистые вещества и устанавливает метод атомно-эмиссионной спектроскопии для определения примесей химических элементов в жидкофазных веществах в пределах массовых долей от 10^{-3} до 10^{-8} %.

Метод заключается в концентрировании примесей путем упаривания препарата, сорбции примесей на графитовом коллекторе и в последующем анализе концентрата с использованием дугового источника возбуждения и спектрографа.

1. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1.1. При проведении испытаний должны быть соблюдены требования ГОСТ 27025—86.

1.2. Метод предусматривает определение примесей алюминия, бария, бериллия, ванадия, висмута, галлия, железа, золота, индия, кадмия, кальция, кобальта, кремния, магния, марганца, меди, молибдена, никеля, олова, свинца, серебра, титана, хрома и стронция.

1.3. Масса навески испытуемого продукта и способ ее предварительной обработки должны быть указаны в нормативно-технической документации на продукт.

1.4. Определение проводят в помещениях, соответствующих классу чистоты 100 по ГОСТ 25991—83, а также в ламинарных боксах или в вытяжных устройствах с отфильтрованным воздухом.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1988

1.5. При проведении определения следует исключить возможность внесения неконтролируемых загрязнений (например, из лабораторной посуды, атмосферы, загрязнений, вносимых аналитиком, реактивами и т. п.).

1.6. При проведении анализа используют реактивы квалификации «химически чистые». При отсутствии реактивов такой чистоты допускается применение реактивов наивысшей чистоты, выпускаемых промышленностью.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии с трехлинзовой конденсорной системой и трехступенчатым ослабителем типов ИСП-28, ИСП-30, СТЭ-1 и других, позволяющих проводить определение с той же точностью и чувствительностью.

Спектропроектор с увеличением в 20 раз, например, ПС-18, СПП-1, СП-2, или других типов, обеспечивающих необходимое увеличение.

Источник дуги постоянного тока, обеспечивающий получение дуги постоянного тока при рабочем токе 10—15 А и напряжении 220 В.

Микроденситометр, обеспечивающий измерение оптической плотности до 2 единиц (например, ИФО-460, ИФО-451, МФ-2).

Лампа инфракрасная мощностью 250—500 Вт (например, типа ЗС-1).

Станок для заточки угольных электродов.

Приспособления для подготовки проб к спектральному анализу из органического стекла и фторопласта (подставки, шпатели, коробки для размещения электродов).

Ступка и пестик из органического стекла.

Цилиндр 1-10 по ГОСТ 1770—74.

Чашки кварцевые по ГОСТ 19908—80.

Пипетка 8-2-01 по ГОСТ 20292—74.

Весы лабораторные аналитические 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Устройство для гомогенизации и растирания порошкообразных веществ лабораторного изготовления.

Графит порошковый по ГОСТ 23463—79, ос. ч. 7—4.

Угли графитированные, ос. ч. 7—3 (электроды), диаметром не менее 6 мм (верхние электроды заточены на конус, в нижних— высверлен цилиндрический кратер диаметром 4,5 мм, глубиной 2 мм). Допускается применение графитовых электродов с каналом другой глубины и диаметра.

Фотопластинки спектральные типа СПЭС и типа П чувствительностью 10—16 единиц. Допускается применение фотопластинок других типов с аналогичной чувствительностью.

Аммоний хлористый (аммоний хлорид) по ГОСТ 3773—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, дважды перегнанная в аппаратуре из кварцевого стекла. Хранят в полиэтиленовых сосудах.

Гидрохинон (*n*-дигидроксибензол) по ГОСТ 19627—74.

Калий бромистый (калий бромид) по ГОСТ 4160—74.

Калий углекислый (калий карбонат) по ГОСТ 4221—76.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—84, ос. ч., концентрированная.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, ос. ч., концентрированная.

Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664—83.

Натрий сернистокислый (натрий сульфит) 7-водный по нормативно-технической документации.

Натрий серноватистокислый (натрий тиосульфат) по ГОСТ 27068—86.

Натрий хлористый (натрий хлорид), ос. ч. 6—4, порошок и раствор с массовой долей 2 % в смеси этилового спирта и воды в соотношении 3+1.

Спирт этиловый (этанол) ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высший сорт.

Проявитель мелкозернистый; готовят смешением растворов А и Б в соотношении 1+1.

Раствор А готовят растворением в воде (до 0,5 дм³) 1,0 г метола, 12 г гидрохинона, 200 г кристаллического сернистокислого натрия.

Раствор Б готовят растворением в воде (до 0,5 дм³) 100 г углекислого калия и 1,0 г бромистого калия.

Фиксаж быстродействующий; готовят растворением в воде (до 1 дм³) 300 г тиосульфата натрия и 20 г хлористого аммония.

Кислота золотохлористоводородная.

Серебро азотнокислое (серебро нитрат) по ГОСТ 1277—75.

Олова двуокись (олова (II) оксид) по ГОСТ 22516—77.

Алюминия окись (алюминий оксид).

Бериллия (II) окись (бериллий (II) оксид).

Ванадия (III) окись (ванадий (III) оксид).

Висмута (V) окись (висмут (V) оксид).

Галлия (III) окись (галлий (III) оксид).

Железа (III) окись (железо (III) оксид).

Индия (III) окись (индий (III) оксид).

Кадмия окись (кадмий оксид).

Кальция окись (кальций оксид).

Кобальта (III) окись (кобальт (III) оксид).

Кремния (IV) окись (кремний (IV) оксид).

Магния окись (магний оксид).

Марганца (IV) окись (марганец (IV) оксид).
Меди (II) окись (медь (II) оксид) порошок.
Молибдена (VI) окись (молибден (VI) оксид).
Никеля (III) окись (никель (III) оксид).
Свинца (II) окись (свинец (II) оксид).
Стронция окись (стронций оксид).
Титана (III) окись (титан (III) оксид).
Хрома (III) окись (дихром триокись, хром (III) оксид).

Допускается применение импортной аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление образцов сравнения

Образец сравнения с массовой долей 1 % каждой определяемой примеси, кроме золота (в расчете на элемент), готовят путем тщательного растирания в ступке из органического стекла 1,272 г порошкового графита с оксидами определяемых элементов в количествах, приведенных в таблице.

Формула	Масса, г	Формула	Масса, г
Al_2O_3	0,038	MgO	0,034
BaO	0,022	MnO_2	0,032
BeO	0,056	CuO	0,025
V_2O_5	0,035	MoO_3	0,025
Bi_2O_3	0,022	Ni_2O_3	0,028
Ga_2O_3	0,027	SnO_2	0,026
Fe_2O_3	0,028	PbO	0,020
In_2O_3	0,022	$AgNO_3$	0,031
CdO	0,022	SrO	0,030
CaO	0,028	TiO_2	0,034
Co_2O_3	0,028	Cr_2O_3	0,030
SiO_2	0,042		

Если контролируют не все указанные элементы, то при приготовлении образца сравнения берут навески оксидов только определяемых элементов. К полученной смеси добавляют порошковый графит для сохранения массы образца сравнения, равной 2,0 г.

При определении золота полученный образец сравнения помещают в кварцевую чашку, добавляют по 10 см³ соляной и азотной кислот и 0,042 г золотохлористоводородной кислоты. Раствор выпаривают досуха и тщательно растирают.

Образцы сравнения с массовой долей примеси $1 \cdot 10^{-1}$; $1 \cdot 10^{-2}$; $3 \cdot 10^{-3}$; $1 \cdot 10^{-3}$; $1 \cdot 10^{-4}$; $3 \cdot 10^{-4}$ и $3 \cdot 10^{-5}$ % готовят путем смешивания в устройстве гомогенизации каждого предыдущего образца сравнения с порошковым графитом в соотношении 1+3 или 1+10. Затем в каждый образец сравнения добавляют хлористый натрий в количестве 2 % от массы образца и снова тщательно растирают.

Допускается введение хлористого натрия непосредственно в каждую навеску пробы и каждый образец сравнения и приготовление образцов сравнения с введением примесей в виде растворов, приготовленных по ГОСТ 4212—76.

При приготовлении образцов сравнения анализируемой и контрольных проб (пп. 3.2 и 3.3) допускается увеличивать количество вводимого хлористого натрия до 5 %, а порошкового графита до 0,05 г.

3.2. Подготовка анализируемой пробы

В три кварцевые чашки помещают по навеске анализируемого вещества и добавляют в каждую чашку по 0,02 г порошкового графита. Чашки помещают в устройство для упаривания и упаривают досуха в соответствии с ГОСТ 27565—87. Далее порошковый графит собирают шпателем в горку и вносят 0,02 см³ раствора хлористого натрия.

Содержимое чашек снова упаривают досуха. Таким образом получают концентраты анализируемой пробы (КАП).

3.3. Подготовка контрольной пробы

В три кварцевые чашки помещают по 0,02 г порошкового графита и вносят по 0,02 см³ раствора хлористого натрия, содержимое чашек выпаривают досуха. Таким образом получают концентраты контрольной пробы (ККП).

3.4. Подготовка электродов к анализу

Угольные электроды протирают этиловым спиртом и обжигают их в дуговом разряде при силе тока 12 А в течение 15 с, контролируя спектры на отсутствие в них линий определяемых элементов.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В каналы электродов помещают концентраты анализируемой и контрольной проб и образцов сравнения и фотографируют спектрограмму при силе тока 10—12 А и экспозиции 15—20 с.

Условия получения спектрограммы (тип освещения щели спектрографа, ширина щели спектрографа, размеры кратера, тип фотопластинки, применение защитного инертного газа) должны

соответствовать указанным в нормативно-технической документации на продукт.

Спектры снимают на одной фотопластинке в одинаковых условиях не менее трех раз.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, промывают водой, фиксируют, снова промывают в проточной воде и высушивают на воздухе. Сухую фотопластинку после просмотра на спектропроекторе фотометрируют на микроденситометре, пользуясь логарифмической шкалой и измеряя по подходящей ступени трехступенчатого ослабителя почернение аналитических линий определяемого элемента ($S_{л+ф}$) и соседнего фона ($S_ф$). При этом используют следующие длины волн:

Al	308,22 нм	Si	288,16 нм
Ba	455,40 нм	Mg	280,27 нм;
Be	234,86 нм		279,55 нм
Cd	325,25 нм	Mo	317,03 нм
Mn	279,48 нм	Ni	305,08 нм
Cu	327,40 нм;	Sn	286,33 нм;
	324,71 нм		284,00 нм
V	318,54 нм	Pb	283,31 нм
Bi	306,77 нм	Ag	328,07 нм
Ga	294,36 нм	Sr	430,50 нм
Fe	302,06 нм;	Ti	323,45 нм;
	248,33 нм		308,80 нм
In	325,61 нм	Cr	283,56 нм;
Ca	422,67 нм;		425,43 нм
	317,99 нм	Au	267,60 нм
Co	345,35 нм;		
	252,14 нм		

Допускается применение других аналитических линий указанных элементов, обеспечивающих необходимую чувствительность.

Находят среднее арифметическое разностей почернений $\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$ для каждой примеси в концентратах и образцах сравнения. Строят градуировочный график для каждого определяемого элемента по средним значениям $\Delta S_{ср}$: на оси абсцисс откладывают логарифмы концентрации примеси для образцов сравнения ($\lg c$), на оси ординат — разность почернения для образцов сравнения ($\Delta S_{ср}$).

По градуировочным графикам находят массовые доли примесей в концентратах анализируемой пробы ($C_{кап}$) и концентратах контрольной пробы ($C_{ккп}$).

Массовую долю каждой примеси *(X)* в процентах в анализируемом веществе вычисляют по формуле

$$X = \frac{m(C_{кап} - C_{ккп})}{m_1},$$

где m — масса навески концентрата анализируемой пробы, г;

$C_{кап}$ — массовая доля примеси в концентрате анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, %;

$C_{ккп}$ — массовая доля примеси в концентрате контрольной пробы, найденная по градуировочному графику, %;

m_1 — масса навески анализируемого вещества, г.

Допускаемую суммарную погрешность определения и допускаемые расхождения между результатами параллельных определений устанавливают в нормативно-технической документации на продукт.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

ИСПОЛНИТЕЛИ

Г. В. Грязнов (рукводитель темы), канд. хим наук; **Т. Г. Манова,** канд. хим. наук; **В. З. Красильщик,** канд. хим. наук; **Н. П. Никонова**; **Н. И. Федосеева.**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.12.87 № 5012

3 **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. Стандарт соответствует СТ СЭВ 5772—86.

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 429—76	2
ГОСТ 1277—75	2
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 3773—72	2
ГОСТ 4160—74	2
ГОСТ 4212—76	3.1
ГОСТ 4221—76	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 11125—84	2
ГОСТ 14261—77	2
ГОСТ 18300—72	2
ГОСТ 19627—74	2
ГОСТ 22516—77	2
ГОСТ 23463—79	2
ГОСТ 25664—83	2
ГОСТ 25991—83	1
ГОСТ 27025—86	1.1
ГОСТ 27068—86	2
ГОСТ 27565—87	3.2

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *М. И. Гаврищук*

Сдано в наб. 21.01.88 Подп. в печ. 17.02.88 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,49 уч.-изд. л. Тир. 5000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 170

gost.e-ecolog.ru