МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ, ЖЕЛЕЗА, ТЕЛЛУРА И СВИНЦА

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.776:543.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

ГОСТ 20996.12—82*

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

Selenium. Atom-absorbtion method of determination for copper, iron, tellurium and plumbum

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. № 2481 дата введения установлена

01.07.83

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения меди (при массовой доле меди от 0,003 до 0,06 %), железа (при массовой доле железа от 0,004 до 0,6 %), теллура (при массовой доле теллура от 0,004 до 0,6 %) и свинца (при массовой доле свинца от 0,001 до 0,06 %).

Метод основан на измерении атомной абсорбции меди, железа, теллура и свинца в пламени пропан—бутан—воздух или воздух—ацетилен при длинах волн 325; 248,3; 214,3; 283,3 нм соответственно.

В качестве источника излучения используют для меди, железа и свинца лампы с полым катодом; для теллура — безэлектродную лампу с полым катодом.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20996.0—82.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Атомно-абсорбционный спектрофотометр, включающий лампы с полым катодом (для меди, железа, теллура, свинца), лампу безэлектродную (для теллура) и все принадлежности.

Газ пропан—бутан по ГОСТ 20448—90.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457—75.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^2$ — $6 \cdot 10^2$ кПа (2—6 атм.).

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Медь по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди:

Раствор А: навеску меди массой 1г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 $см^3$, приливают 25—30 $см^3$ смеси азотной и соляной кислот (1:3), растворяют при кипячении и упаривают досуха. Остаток дважды обрабатывают по 7—10 $см^3$ соляной кислоты, выпаривая раствор досуха. Сухой остаток растворяют в 100—120 $см^3$ соляной кислоты (1:1), кипятят до растворения солей, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

*Издание (июль 2000 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 3—88)

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 2000

1 см³ раствора А содержит 1 мг меди.

Раствор Б: аликвотную часть 50 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг меди.

Железо по ГОСТ 9849—86.

Стандартные растворы железа:

Раствор А: навеску железа массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, приливают 30—35 см³ смеси азотной и соляной кислот (1:3), кипятят и упаривают до сухих солей. Приливают 100—120 см³ соляной кислоты (1:1), кипятят 5—7 мин, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг железа.

Раствор Б: аликвотную часть 50 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг железа.

Теллур.

Стандартные растворы теллура:

Раствор А: навеску теллура массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, приливают 20—25 см³ смеси азотной и соляной кислот (1:3), кипятят до растворения навески и выпаривают досуха. Приливают 200—220 см³ соляной кислоты, охлаждают и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг теллура.

Раствор Б: отбирают 50 см³ раствора А и переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг теллура.

Свинец по ГОСТ 3778—77.

Стандартные растворы свинца:

Раствор А: навеску свинца массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, приливают 10—15 см³ азотной кислоты и упаривают при нагревании до влажного состояния. Затем приливают 5—7 см³ азотной кислоты и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг свинца.

Раствор Б: отбирают 50 см³ раствора А и переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг свинца.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску селена массой 1—5 г (в зависимости от массовой доли элемента и чувствительности прибора) помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, приливают 40—50 см³ смеси азотной и соляной кислот (1:3), кипятят и упаривают до объема 3—5 см³. Приливают 50—60 см³ воды, кипятят 5—7 мин, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Полученный раствор в случае необходимости разбавляют водой, отбирая соответствующую аликвотную часть в мерную колбу.

При массовой доле элементов менее 0,01 % следует проводить отгонку селена, как описано в ГОСТ 20996.7—82.

Фотометрирование каждого элемента проводят по два раза, промывая предварительно водой капилляр и распылительную систему после каждого фотометрирования в течение 5—10 с.

Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором.

Массу определяемых элементов в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Построение градуировочных графиков

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 0,2; 0,5; 1,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ стандартных растворов Б меди, железа, свинца и 0,5; 1,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 см³ стандартного раствора Б теллура. В каждую колбу добавляют по 1—2 см³ соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Измеряют оптические плотности полученных растворов в начале, середине и конце фотометрирования проб и по усредненным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям строят градуировочные графики.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю элемента (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V V_1}{m V_2 10000},$$

где m_1 — масса элемента, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;
V — общий объем раствора, см^3;
V_1 — объем анализируемого раствора после разведения, см^3;
V_2 — объем аликвотной части раствора, взятой для анализа, см^3;
m — масса навески селена, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать величин, приведенных в таблице.

Определяемый элемент	Массовая доля элемента, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %, результатов	
		параллельных определений	полученных в лабораториях разных предприятий
Медь	От 0,003 до 0,010 включ.	0,001	0,002
	Св. 0,010 » 0,030 »	0,002	0,004
	» 0,030 » 0,060 »	0,006	0,009
Железо	От 0,004 до 0,010 включ.	0,002	0,003
	Св. 0,010 » 0,020 »	0,004	0,006
	» 0,020 » 0,050 »	0,008	0,014
	» 0,05 » 0,10 »	0,01	0,03
	» 0,10 » 0,30 »	0,02	0,06
	» 0,30 » 0,60 »	0,04	0,08
Теллур	От 0,004 до 0,010 включ.	0,001	0,002
	Св. 0,010 » 0,030 »	0,004	0,006
	» 0,030 » 0,060 »	0,008	0,010
	» 0,060 » 0,100 »	0,010	0,014
	» 0,10 » 0,30 »	0,02	0,04
	» 0,30 » 0,60 »	0,04	0,06
Свинец	От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0007	0,0012
	Св. 0,003 » 0,006 »	0,001	0,002
	» 0,006 » 0,010 »	0,002	0,004
	» 0,010 » 0,030 »	0,006	0,010
	» 0,03 » 0,06 »	0,01	0,02
	» 0,06	0,02	0,04

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. При разногласиях в оценке массовой доли меди, железа, теллура, свинца применяют методы, приведенные в ГОСТ 20996.8—82, ГОСТ 20996.6—82, ГОСТ 20996.10—82, ГОСТ 20996.3—82.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Редактор *М.И.Максимова*
Технический редактор *О.Н.Власова*
Корректор *В.Е.Нестерова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 16.08.2000. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,40. Тираж 106 экз. С 5645. Зак. 715.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ.
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru