

27866-88



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ВЕЩЕСТВА ОСОБО ЧИСТЫЕ

**МЕТОД КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ МИКРОПРИМЕСЕЙ
ОСАЖДЕНИЕМ И СООСАЖДЕНИЕМ**

**ГОСТ 27866-88
(СТ СЭВ 6027-87)**

Издание официальное

Б3 11-88/728
5 коп.

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва**



ВЕЩЕСТВА ОСОБО ЧИСТЫЕ**ГОСТ****Метод концентрирования микропримесей
осаждением и соосаждением****27866—88****High purity substances. Method for concentration
of microimpurities by precipitation and coprecipitation** (СТ СЭВ 6027—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 химических элементов осаждением и соосаждением:

способ 1 — осаждение микропримесей химических элементов с использованием коллектора;

способ 2 — осаждение микропримесей химических элементов без использования коллектора;

способ 3 — осаждение вещества—основы, с целью последующего аналитического определения микропримесей химических элементов.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

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 (из атмосферы, лабораторной посуды, загрязнений, вносимых аналитиком, реактивами и т. д.).

1.5. При анализе радиоактивных и токсичных веществ, соединений благородных металлов, а также элементов со сложными спектрами следует полностью отделять вещество—основу.

ПРИЛОЖЕНИЕ I
Рекомендуемое

ОПИСАНИЕ МЕТОДА КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ МИКРОПРИМЕСЕЙ
ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ ОСЛАЖДЕНИЕМ В НИТРАТЕ БАРИЯ
ОС. Ч. 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; 2.9; 2.11; 2.12; 2.16—2.21; 2.25; 2.39; 2.47; 2.50 настоящего стандарта.

Раствор, содержащий кадмий, готовят по ГОСТ 4212 с использованием воды ос. ч.

Бария нитрат, ос. ч., проверенный на отсутствие определяемых элементов.

2. Подготовка к концентрированию

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

3. Проведение концентрирования способом I

2 г испытуемого вещества растворяют в 20 см³ воды, доводят pH раствора до 6 раствором аммиака с массовой долей 1%, прибавляют 2 см³ раствора, содержащего кадмий, 1 см³ диэтилдитиокарбамата натрия, перемешивают, прибавляют 30 мг тиокарбамида, снова перемешивают и добавляют 50 мг графитового порошка. Раствор с осадком тщательно перемешивают и выдерживают 2—3 ч. Отфильтровывают осадок, высушивают фильтр с осадком по п. 4.1 настоящего стандарта.

Для промывки осадка на фильтре используют 10—15 см³ раствора тиокарбамида с массовой долей 0,07% с pH=6.

Контрольный опыт проводят с использованием раствора 0,1 г нитрата бария, не содержащего определяемых элементов, в 20 см³ воды.

Растворы сравнения готовят с добавлением определенного количества определяемых элементов в соответствии с ГОСТ 27566 и проводят их через все стадии концентрирования.

Анализ микропримесей в концентрате проводят по ГОСТ 27566.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Справочное

ПРИМЕНЕНИЕ СПОСОБОВ ОСАЖДЕНИЯ И СОСАЖДЕНИЯ ПРИ АНАЛИЗЕ ХИМИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

Объекты анализа	Определяемые элементы	Реагент, pH	Способ отсеивания осадка	Метод анализа концентриата
1. Оксиды трансурановых радиоактивных элементов	V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Pb	ДДКNa+ + Na-меркаптохноволидин, pH 5,6	Фильтрация через пористый фторопласт	АЭС и ААС
2. Оксид циркония	V, Mn, Co, Ni, Gr, Fe, Cd	Осаждение основы в виде $ZrOCl_4$	Фильтрация	АЭС и ААС
3. Соединения серебра	Cu, Cd, Ni, Mn, Zn, Fe	Осаждение основы в виде $AgCl$	Фильтрация	СФ и ААС
4. Соединения алюминия	Bi, Cd, Co, Fe, In, Ni, Ti, Zn	ПДКНН ₄ , Na_2S_2 , комплекс $Na_2S_2O_3$, pH 3,0—3,3	Фильтрация через мембранный фильтр	ААС и АЭС
5. Соединения бария	Fe, Mn, Pb, Cr, V	Фильтрация	Фильтрация	АЭС
6. Соединения меди	Cd, Zn, Co, Fe, In, Mn, Ni, Pb	Осаждение основы тиоавегамидом	Фильтрация	ААС и АЭС
7. Соединения хрома	Ag, Bi, Cd, Co, Cu, In, Ni, Pb, Ti, Zn	ГМДКГМА, pH 4	Сорбция на активированном угле	АЭС
8. Соединения марганца	Ag, Cu, Ti, In, Mn, Pb, Zn, Fe ₂ O ₃	Коллектор $Mg(OH)_2$, pH 9—10	Сорбция на активированном угле	АЭС
9. Соединения марганца	Bi, Cd, Co, Cu, Fe, Ni, Pb, Ti	Ортофенантронин, коллектор Ag I, pH 4—6	Фильтрация и растворение	АЭС
10. Соединения марганца	Bi, Cd, Co, Cu, Fe, Ni, Pb, Ti	Ксантогенат кальция	Сорбция на активированном угле	АЭС
11. Соединения лантана	Al, Mo, Nb, Ta, W, V, Zr, Hf, Fe	Коллектор La(OH) ₃ , pH 9—10	Фильтрация	АЭС

Продолжение

Объекты анализа	Определенные элементы	Реагент, pH	Способ отделения осадка	Метод анализа компонента
12. Соединения щелочных и щелочно-земельных металлов	Ag, Bi, Cd, Co, Cu, Fe, In, Ni, Pb, Tl, Zn	ДЛКNa, pH 8,4	Сорбция на активированном угле	АЭС
13. Соединения стронция и бария	Ag, Al, Au, Bi, Ca, Co, Mg, Mn в виде карбонатов и др., Cd, Cu, In, Mg, Mn	ДЛКNa, pH 5—6	Фильтрация	ААС и АЭС
14. Соединения вольфрама	Ag, Cd, Co, Cu, In, Ni, Pb, Tl, Zn	ДЛКNa, pH 5—6	Сорбция на активированном угле	АЭС и РФС
15. Соединения NH ₄ F, NaCl, MgCl ₂ , Na ₂ SO ₄	Mn, Co, Cu, Zn, Ag, Cd, Hg	8-дихинолидисульфин, pH 5,8—10,0	Фильтрация, сорбция на активированном угле	АЭС и РФС
16. Соединения пика	Ag, Bi, Cd, Co, Pb, Ni, Fe, In, Tl	Этилксантогенат калия, pH 4,8	Сорбция на активированном угле	АЭС

П р и м е ч а н и е. В таблице использованы следующие сокращения:

ДЛКNa — диэтилантонкарбамат натрия;

ГМДКТМА — гексаметиламмоний-гексаметилендиокарбамат;

ДЛКН₄ — пирролидидиниокарбамат аммония;

ААС — атомно-абсорбционная спектрометрия;

АЭС — атомно-эмиссионная спектроскопия;

СФ — спектрофотометрия;

РФС — рентгено-флуоресцентная спектроскопия.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности.

ИСПОЛНИТЕЛИ

Т. Г. Манова, канд. хим. наук (руководитель темы); В. З. Красильщик, 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 № 3562

3. Срок первой проверки — 1997 г.

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6027—87

5. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 195—77	2.41
ГОСТ 1770—74	2.10; 2.14
ГОСТ 3118—77	2.36
ГОСТ 4204—77	2.35
ГОСТ 4212—76	Приложение 1
ГОСТ 4233—77	2.42
ГОСТ 4329—77	2.38
ГОСТ 4461—77	2.34
ГОСТ 5828—77	2.28
ГОСТ 5857—79	2.37
ГОСТ 6265—74	2.31
ГОСТ 6344—73	2.46
ГОСТ 8864—71	2.39
ГОСТ 9147—80	2.8
ГОСТ 10165—79	2.30
ГОСТ 10652—73	2.29
ГОСТ 11125—84	2.34
ГОСТ 12026—76	2.16
ГОСТ 14261—77	2.36
ГОСТ 14262—78	2.35
ГОСТ 18300—87	2.49
ГОСТ 19908—80	2.9; 2.13; 2.15
ГОСТ 20292—74	2.12
ГОСТ 24147—80	2.21
ГОСТ 25336—82	2.5; 2.6; 2.7; 2.9; 2.13
ГОСТ 25794.1—83	2.38
ГОСТ 25991—83	1.3; 3.1
ГОСТ 27025—86	1.1
ГОСТ 27566—87	4.1.3; 4.3.3.2, приложение I

Редактор *Н. В. Бобкова*

Технический редактор *Г. А. Теребинкина*

Корректор *Е. И. Морозова*

Сдано в наб. 18.11.88 Подп. в печ. 02.01.89 1,0 усл. л. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,84 уч.-изд. л.
Тираж 6000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Литлак пер., 6. Зак. 3195

Допускается частичное отделение вещества—основы при анализе веществ с простым спектром и веществ, физико-химические свойства которых не мешают аналитическому определению элементов.

1.6. Осаждение отдельных элементов или их групп следует проводить, применяя различные реагенты или их смеси, изменяя pH раствора, вводя в систему различные комплексоны. Если при этом используются растворы, реактивы и материалы, не указанные в п. 2 настоящего стандарта, они должны быть указаны в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

Допускается сочетать групповые органические реагенты, образующие малорастворимые внутрикомплексные соединения металлов с индифферентными органическими соединениями.

1.7. Концентрат микропримесей элементов должен иметь форму, удобную для непосредственного определения элементов; микропримеси концентрируют или в объеме твердого коллектора малой массы, или в небольшом объеме подходящего растворителя.

1.8. Для хранения исходных растворов, растворов сравнения и воды, применяемой для их приготовления, а также для проведения концентрирования следует использовать химически инертную посуду из полимерных материалов (например, из фторопласта, полиэтилена высокого давления), кварцевого стекла или стеклоуглерода.

1.9. 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 проверять на отсутствие определяемых элементов в условиях концентрирования, либо учесть их фактическое содержание при аналитическом определении элементов.

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

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.1. Аппарат для вакуумной фильтрации.

2.2. Прибор для перегонки из кварцевого стекла с дефлегматором.

2.3. Термостат любого типа.

2.4. Печь кварцевая, позволяющая проводить нагрев до 200°C.

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

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

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

2.8. Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147.

2.9. 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.

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

2.11. Лопатка из кварцевого стекла или из полимерного материала.

2.12. Пипетка по ГОСТ 20292.

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

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

2.15. Чашка кварцевая по ГОСТ 19908 или чашка из полимерного материала.

2.16. Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

2.17. Лампа инфракрасная.

2.18. Плитка электрическая нагревательная с закрытой спиралью и плавной регулировкой температуры, с графитовой прокладкой.

2.19. Порошок угольный (графитовый) особо чистый, проверенный на отсутствие определяемых элементов или содержащий каждый элемент массовой долей не более $1 \cdot 10^{-5}\%$.

2.20. Фильтр пористый фторопластовый с размером пор не более 0,45 μm .

2.21. Аммиак водный ос. ч. по ГОСТ 24147, растворы с массовой долей 1%, 25% и раствор, разбавленный 1+2.

2.22. Аммоний дibenзоилдитиокарбамат.

2.23. Аммония пирролидиндитиокарбамат.

2.24. Ацетон особой чистоты.

2.25. Вода ос. ч. или дважды перегнанная в приборе из кварцевого стекла или денонизированная, дополнительно профильтрованная через мембранный фильтр с размером пор 0,2 μm 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.

2.26. Гексаметиламмония гексаметилендитиокарбамат, ч. д. а. или ч., очищенный перекристаллизацией из воды.

2.27. Гидроксиламин гидрохлорид (гидроксиламмоний хлорид) по ГОСТ 5456, ч. д. а., очищенный многократной перекристаллизацией из воды.

2.28. Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, ч. д. а., очищенный возгонкой в сосуде из кварцевого стекла, помещенном в бокс из органического стекла в вытяжном устройстве; возгонку проводят при нагревании на электрической плитке с графитовой прокладкой.

2.29. Соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты (соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная, трилон Б, ди-Н_a-ЭДТА) по ГОСТ 10652 раствор, не содержащий железа, концентрации 0,1 моль/дм³, очищают следующим образом: к 250 см³ соответствующего раствора реактива добавляют 2,5 см³ раствора перхлората натрия с массовой долей 5%, 0,25 г гидроксиламина гидрохлорида, 0,25 г ортофенантролина и взвешивают; реакцию можно ускорить подогреванием на водяной бане с температурой 80—90°C.

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

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

2.30. 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 экстракти 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 60°C; препарат хранят в плотно закрытой склянке темного стекла.

2.31. Диэтиловый эфир (эфир этиловый) по ГОСТ 6265.

2.32. Кадмия сульфат 8-водный (кадмий сернокислый 8-водный), ос. ч., раствор с массовой долей 10%.

2.33. Ксиолол.

2.34. Кислота азотная ос. ч. по ГОСТ 11125 или кислота азотная по ГОСТ 4461, очищенная перегонкой в приборе из кварцевого стекла при температуре ниже точки кипения; продукт перегонки должен соответствовать требованиям ГОСТ 11125.

2.35. Кислота серная ос. ч. 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.

2.36. Кислота соляная ос. ч. по ГОСТ 14261 или кислота соляная по ГОСТ 3118, очищенная перегонкой в приборе из кварцевого стекла под вакуумом, продукт перегонки должен соответствовать требованиям ГОСТ 14261; концентрированная или раствор с массовой долей 2%.

2.37. Купферон (N-нитрозо-N-фенил гидроксиламин аммонийная соль) по ГОСТ 5857, ч. д. а., очищенный многократной перекристаллизацией.

2.38. Натрия гидроксид. (натрия гидроокись) по ГОСТ 4329, раствор концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм³, готовят по ГОСТ 25794.1.

2.39. Натрия N,N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864 ч. д. а., или ч., очищенный перекристаллизацией из воды, раствор с массовой долей 0,05%.

2.40. Натрия перхлорат 1-водный, ч. д. а. или ч.

2.41. Натрия сульфит (натрий сернистокислый) по ГОСТ 195, ч. д. а. или ч., очищенный многократной перекристаллизацией.

2.42. Натрия хлорид (натрий хлористый) ос. ч., х. ч. для спектрального анализа или ч. д. а. и ч. по ГОСТ 4233, очищенный многократной перекристаллизацией.

2.43. 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-На-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; раствор с массовой долей 1% в ацетоне.

2.44. 1-(2-пиридиназо)-2-нафтол (ПАН), ч. д. а., очищенный перекристаллизацией из этанола, раствор с массовой долей 0,1% в этаноле.

2.45. Танин.

2.46. Тиоацетамид, ч. д. а., очищенный следующим образом: 30 г препарата растворяют в 100 см³ ксиолола при нагревании до 80—90°C; колбу с раствором быстро охлаждают с помощью сухого льда; выпавший осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера

и высушивают на воздухе, очищенный препарат хранят в хорошо закрытой склянке темного стекла.

2.47. Тиокарбамид (тиомочевина) по ГОСТ 6344, очищенный следующим образом: 100 г препарата растворяют в 500 см³ этанола и фильтруют через беззольный фильтр; фильтрат охлаждают до 8—10°C и вливают при помешивании в 300 см³ диэтилового эфира; выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера и несколько раз промывают диэтиловым эфиром; кристаллы высушивают на воздухе и хранят в хорошо закрытой склянке темного стекла; применяют сухой препарат или готовят раствор с массовой долей 0,07%.

2.48. Трихлорметан (хлороформ) х.ч. или технический продукт, очищенный перегонкой в приборе из кварцевого стекла с дефлегматором.

2.49. Этанол (спирт этиловый) ос.ч. или спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300, очищенный перегонкой.

2.50. Бумага индикаторная универсальная.

3. ПОДГОТОВКА 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 ее обрабатывают раствором диэтилдитиокарбамата аммония при 20—25°C и промывают водой или обрабатывают сначала парами азотной кислоты, после чего — парами воды.

Бывшую в употреблении посуду обрабатывают раствором соляной кислоты и промывают 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 в течение недели.

4. ПРОВЕДЕНИЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ

4.1. Способ 1.

4.4.1. В коническую колбу вместимостью 50 см³ или 100 см³ помещают навеску испытуемого вещества и приливают определенный объем воды. Доводят pH раствора по универсальной индикаторной бумаге до указанного значения и добавляют соответствующее количество реагентов или их смеси, указанных в нормативно-технической документации на испытуемое вещество, или в п. 2 настоящего стандарта.

4.1.2. Раствор с осадком тщательно перемешивают, прибавляют навеску коллектора (например, угольного порошка) и снова тщательно перемешивают. Раствор оставляют на 2—3 ч, после чего отфильтровывают через пористый фильтр или плотный обеззоленный фильтр на воронке под вакуумом и осадок промывают.

4.1.3. Осадок высушивают в сушильном шкафу или под инфракрасной лампой и проводят аналитическое определение микропримесей элементов методом атомно-эмиссионной спектроскопии по ГОСТ 27566.

4.1.4. Допускается в качестве коллектора использовать вещество — основу, о чем должно быть указано в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

4.2. Способ 2.

4.2.1. Раствор с осадком, приготовленный как описано в п. 4.1.3, фильтруют через мембранный фильтр в аппарате для вакуумной фильтрации. Осадок промывают способом, указанным в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

Далее обработку проводят одним из способов, указанных ниже.

4.2.1.1. Фильтр с осадком сушат и подвергают дальнейшему аналитическому определению.

4.2.1.2. Фильтр с осадком сушат, озоляют и подвергают дальнейшему аналитическому определению.

4.2.1.3. Осадок смывают с фильтра небольшим количеством подходящего растворителя и раствор подвергают дальнейшему аналитическому определению.

4.2.1.4. Осадок на фильтре растворяют в небольшом количестве подходящего растворителя и раствор подвергают дальнейшему аналитическому определению.

4.3. Способ 3

4.3.1. К раствору, приготовленному по п. 4.1.1, добавляют определенное количество реагента-осадителя, указанное в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

4.3.2. Раствор с осадком выдерживают определенное время при необходимой температуре, о чем должно быть указано в нормативно-технической документации на испытуемое вещество. Затем раствор декантируют или фильтруют через пористый фильтр на воронке под вакуумом. Осадок промывают, промывные воды соединяют с фильтратом. При необходимости фильтрат упаривают.

4.3.3. Фильтрат подвергают дальнейшему испытанию одним из следующих методов:

4.3.3.1. Фильтрат анализируют непосредственно методом, указанным в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

4.3.3.2. Фильтрат упаривают досуха с коллектором и концентрат анализируют методом атомно-эмиссионной спектроскопии по ГОСТ 27566.

4.3.3.3. Фильтрат упаривают досуха, остаток растворяют в небольшом объеме подходящего растворителя и анализируют методом, указанным в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

4.3.3.4. Фильтрат подвергают дальнейшему испытанию по способу 1 или 2, как указано в п. 4.1 или п. 4.2.

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

способ подготовки испытуемой пробы;

навеска испытуемой пробы;

объем воды;

масса или объем прибавляемых реагентов или их смеси;

значение pH и раствор для доведения до нужного значения pH;

раствор для промывки;

растворитель (при необходимости);

коллектор (при необходимости);

способ обработки раствора для последующего аналитического определения;

время выставления осадка и температура раствора;

время озоления и температура (при необходимости).

4.5. Проведение контрольного опыта

Небольшое количество испытуемого вещества, предварительно очищенного и проверенного на отсутствие определяемых элементов, растворяют в воде, в конической колбе с притертой пробкой. Далее проводят те же операции, как и при проведении концентрирования. При необходимости учитывают определяемые элементы,

содержащиеся в применяемых растворах и реактивах в условиях концентрирования.

Приготовление растворов сравнения должно соответствовать указанному в стандарте на применяемый аналитический метод или в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.