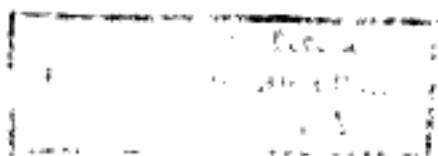


М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

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

Издание официальное



М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ****ГОСТ
20996.12—82*****Атомно-абсорбционный метод определения меди,
железа, теллура и свинца**Selenium. Atom-absorption method of determination
for copper, iron, tellurium and plumbeum

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. № 2481 дата введения
установлена01.07.83Ограничение 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 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, приливают 25—30 см³ смеси азотной и соляной кислот (1:3), растворяют при кипячении и упаривают досуха. Остаток дважды обрабатывают по 7—10 см³ соляной кислоты, выпаривая раствор досуха. Сухой остаток растворяют в 100—120 см³ соляной кислоты (1:1), кипятят до растворения солей, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, 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

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

где m_1 — масса элемента, найденная по градуировочному графику, мкг/см³;

V — общий объем раствора, см³;

V_1 — объем анализируемого раствора после разведения, см³;

V_2 — объем аликовой части раствора, взятой для анализа, см³;

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. Св. 0,010 → 0,030 → → 0,030 → 0,060 → | 0,001 0,002 0,006 | 0,002 0,004 0,009 |
| Железо | От 0,004 до 0,010 включ. Св. 0,010 → 0,020 → → 0,020 → 0,050 → → 0,05 → 0,10 → → 0,10 → 0,30 → → 0,30 → 0,60 → | 0,002 0,004 0,008 0,01 0,02 0,04 | 0,003 0,006 0,014 0,03 0,06 0,08 |
| Теллур | От 0,004 до 0,010 включ. Св. 0,010 → 0,030 → → 0,030 → 0,060 → → 0,060 → 0,100 → → 0,10 → 0,30 → → 0,30 → 0,60 → | 0,001 0,004 0,008 0,010 0,02 0,04 | 0,002 0,006 0,010 0,014 0,04 0,06 |
| Свинец | От 0,0010 до 0,0030 включ. Св. 0,003 → 0,006 → → 0,006 → 0,010 → → 0,010 → 0,030 → → 0,03 → 0,06 → → 0,06 | 0,0007 0,001 0,002 0,006 0,01 0,02 | 0,0012 0,002 0,004 0,010 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.печл. 0,47. Уч.-издл. 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