

ДОДАТОК 3.В

(нормативний).

Розкладання зразків осадів

3.В.1 Реактиви

3.В.1.1 Вода, 1-го класу відповідно до ISO 3696:1987 ($\kappa \leq 0,01$ мСм/м), або кращої якості. Важливо перевіряти якість води перед використанням.

3.В.1.2 Азотна кислота, концентрована, $c(\text{HNO}_3) = 14,4$ моль/л, $\rho \approx 1,40$ кг/л (65 %). Якщо концентрована азотна кислота містить значні кількості елементів-аналітів, її очищають субкип'ячою дистиляцією в кварцевому апараті. Дистиляцію проводять під витяжною шафою.

3.В.1.3 Азотна кислота, $c(\text{HNO}_3) \approx 7$ моль/л. До одного об'єму концентрованої азотної кислоти (3.В.1.2) додають один об'єм води (3.В.1.1) при перемішуванні.

3.В.1.4 Соляна кислота, концентрована, $c(\text{HCl}) = 12,1$ моль/л, $\rho \approx 1,19$ кг/л (37 %). Якщо концентрована соляна кислота містить значні кількості елементів-аналітів, її очищають, наприклад, субкип'ячою дистиляцією в кварцевому апараті. Дистиляцію проводять під витяжною шафою.

3.В.1.5 Соляна кислота, $c(\text{HCl}) \approx 6$ моль/л. До одного об'єму концентрованої соляної кислоти (3.В.1.4) додають один об'єм води (3.В.1.1) при перемішуванні.

3.В.2 Апаратура

3.В.2.1 Посудини для розкладання, що складаються з безбарвних пляшок із боросилікатного скла або скла еквівалентної якості місткістю близько 100 мл, обладнаних гвинтовими кришками. Пляшки і кришки мають витримувати тиск 200 кПа (120 °С).

3.В.2.2 Автоклав, здатний працювати при тиску 200 кПа (120 °С).

3.В.3 Розкладання

3.В.3.1 Загальні положення

Зважують наважки зразків осадів у вологому або висушеному стані. Додають азотну кислоту або суміш соляної та азотної кислот (царську водку) і розкладають проби в закритих посудинах під тиском (при 120 °С). Остаточне визначення виконують у рідкій фазі. Оскільки хлориди можуть спричиняти значні перешкоди в техніці з графітовою пічкою, рекомендовано розкладання азотною кислотою. Для деяких елементів (наприклад, Sb у цьому стандарті) азотна кислота непридатна і слід використовувати царську водку.

3.В.3.2 Розкладання азотною кислотою

Переносять точно зважену кількість проби (не більше 1 г висушеного матеріалу або еквівалентну кількість вологого зразка) у посудину для розкладання (3.В.2.1). Додають 20 мл азотної кислоти, $c \approx 7$ моль/л (3.В.1.3). Щільно закривають посудину і нагрівають при 120 °С (200 кПа) протягом 1 год відповідно до інструкції виробника автоклава. Охолоджують до кімнатної температури. У витяжній шафі відкривають і вентилують кожну посудину. Розчин кількісно переносять у мірну колбу на 100 мл і розбавляють водою (3.В.1.1) до об'єму. Після осідання всього нерозчиненого матеріалу визначення виконують у прозорій рідкій фазі. Іноді необхідно фільтрувати або центрифугувати розклади.

Розкладання можна також проводити в закритих посудинах у мікрохвильовій печі під тиском, якщо час розкладання і застосовуваний тиск дають такі самі результати, як і метод, описаний вище в цьому підпункті.

Готують щонайменше одну холосту пробу реагентів таким самим способом, як і досліджувані проби, доводячи до того самого кінцевого об'єму, але без фактичної проби.

3.В.3.3 Розкладання царською водкою

Переносять точно зважену кількість проби (не більше 1 г висушеного матеріалу або еквівалентну кількість вологого зразка) у посудину для розкладання (3.В.2.1). Додають 15 мл соляної кислоти, $c \approx 6$ моль/л (3.В.1.5), а потім 5 мл азотної кислоти, $c \approx 7$ моль/л (3.В.1.3). Дають пробі постояти, доки не припиниться видима реакція. Щільно закривають посудину і нагрівають при 120 °С (200 кПа) протягом 1 год відповідно до інструкції виробника автоклава.

Охолоджують до кімнатної температури. У витяжній шафі відкривають і вентилують кожну посудину. Розчин кількісно переносять у мірну колбу на 100 мл і розбавляють водою (З.В.1.1) до об'єму. Після осідання всього нерозчиненого матеріалу визначення виконують у прозорій рідкій фазі. Іноді необхідно фільтрувати або центрифугувати розклади.

Розкладання можна також проводити в закритих посудинах у мікрохвильовій печі під тиском, якщо час розкладання і застосовуваний тиск дають такі самі результати, як і метод, описаний вище в цьому підпункті.

Готують щонайменше одну холосту пробу реагентів таким самим способом, як і досліджувані проби, доводячи до того самого кінцевого об'єму, але без фактичної проби. У цьому додатку описано процедуру підготовки постійних або слайдами з переміщеною сіткою за допомогою процедури монтування диметилформамідом-Euparal. [9], [11], [26]