Контрольный экз

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА СВИНЦОВОГО СУРИКА ПОВЫШЕННОЙ ЧИСТОТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ, КОБАЛЬТА, МАРГАНЦА И ХРОМА

ГОСТ 26958—86

Издание официальное

Госстандарт России
Научно-техническая
библиотека

БЗ 10—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.4:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА СВИНЦОВОГО СУРИКА ПОВЫШЕННОЙ ЧИСТОТЫ

Метод определения ванадия, кобальта, марганца и хрома

ГОСТ 26958—86

Lead for high-purity red lead production. Method for determination of vanadium, cobalt, manganese and chromium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.87

Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральный метод определения ванадия, кобальта, марганца и хрома в свинце для производства свинцового сурика повышенной чистоты, используемого в оптическом стекловарении, в диапазоне массовых долей: кобальта от $1 \cdot 10^{-6}$ до $1{,}6 \cdot 10^{-5}$ %; ванадия, марганца и хрома от $2{,}5 \cdot 10^{-6}$ до $4 \cdot 10^{-5}$ % каждого.

Метод основан на отделении основной массы свинца в виде азотнокислого соединения, осаждении примесей вместе с сульфатом свинца и спектрографическом анализе полученного концентрата в дуге постоянного тока на дифракционном спектрографе типа ДФС-8.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа по ГОСТ 22306 с дополнением

1.1.1. Контроль правильности результатов анализа осуществляют методом добавок не реже одного раза в месяц, а также каждый раз при замене реактивов и растворов, после длительных перерывов в работе и других изменений, влияющих на результаты анализа.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1986
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с Изменениями

Величину добавки выбирают близкой к массовой доле примесей.

Определение массовой доли компонента в пробе с добавкой из трех навесок. Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за массовую долю данного компонента в пробе с добавкой. Найденную величину добавки находят как разность между найденными массовыми долями этого компонента в пробе с добавкой и в пробе без добавки.

Расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений компонента в пробе с добавкой не должно превышать значения d нормированного в методике анализа.

Результаты анализа проб считаются правильными, если найденная величина добавки отличается от введенной ее величины не более чем на $0{,}7\sqrt{D_1^2 + D_2^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения результатов двух анализов для пробы с добавкой и без добавки соответственно.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Требования безопасности — по ГОСТ 22518.1 с дополнением

1.2.1. Концентрирование примесей и все операции по приготовлению образцов сравнения и подготовке проб к анализу проводят в боксах из органического стекла.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 с решеткой 600 или 1200 штр/мм (первый порядок) с трехлинзовой системой освещения щели.

Трех- и девятиступенчатый ослабитель.

Генератор дуговой, приспособленный для поджига дуги постоянного тока высокочастотным разрядом.

Генератор дуги постоянного тока, обеспечивающий напряжение не менее 200 В и силу тока не менее 20 А.

Микрофотометр, предназначенный для измерения почернений спектральных линий.

Спектропроектор типа ПС-18.

Весы аналитические, позволяющие взвешивать с погрешностью не более 0,0002 г.

Лампа инфракрасная любого типа мощностью до 500 Вт с лабораторным автотрансформатором типа ПНО-250—2 или аналогичным.

Электроплитка нагревательная по ГОСТ 14919.

Печь муфельная, позволяющая регулировать температуру до 700 °С.

Станок для заточки графитовых электродов типа КП-35 или любого другого типа.

Боксы из органического стекла.

Ступки с пестиком из органического стекла.

Нож танталовый или титановый.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Посуда кварцевая.

Весы торсионные типа ВТ или аналогичные с погрешностью взвешивания не более 0,001 г.

Электроды графитовые особой чистоты диаметром 6 мм с размером кратера 4 × 4 мм, предварительно обожженные в дуге переменного или постоянного тока силой 10—12 А в течение 10—15 с. Контрэлектроды графитовые, заточенные на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5—2,0 мм.

Воронка и палочка из оргстекла для перенесения навески в кратер электрода.

Образцы сравнения для построения градуировочного графика, приготовленные по приложению.

Порошок графитовый особой чистоты по ГОСТ 23463.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125 и растворы 1:2 и 1:1.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262 и раствор 1:1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с массовой концентрацией 30 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дополнительно перегнанная в кварцевом аппарате.

Фотопластинки «спектрографические» типов I и II или типов ПФС-02, ПФС-03.

Тип I заряжают в кассету для области спектра 310,0—350,0 нм, тип II — для более коротковолновой области.

Проявитель метол-гидрохиноновый, состоящий из двух растворов, которые перед проявлением смешивают в соотношении 1:2.

Раствор 1:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709	до 1 дм^3;
калий углекислый по ГОСТ 4221	до 60 г.

Раствор 2:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709	до 2 дм^3;
метол по ГОСТ 25664	6 г;
гидрохинон по ГОСТ 19627	15 г;

натрий сернистокислый по ГОСТ 195 — 90 г;
калий бромистый по ГОСТ 4160 — 6 г.

Фиксаж:

натрий тиосульфат кристаллический по ГОСТ 244 — 250 г;
аммоний хлористый по ГОСТ 3773 — 50 г;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — до 1 $дм^3$.

Разрешается применять проявитель и фиксаж другого состава. Время проявления фотопластинок 5 мин при температуре проявителя 18—20 °С.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10, 20 $см^3$.

Примечание. Допускается применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектра и других спектрографических приборов и установок, других материалов и реактивов при условии получения показателей точности не хуже установленных настоящим стандартом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Пробу свинца массой 10 г нарезают кусочками по 50—500 мг и помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 $см^3$. Приливают 20 $см^3$ раствора уксусной кислоты, интенсивно перемешивают, кислоту сливают и 2—3 раза промывают водой по 15—20 $см^3$. Свинец растворяют при нагревании (кварцевые колбы закрыты часовым стеклом) в 50 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:2. После полного растворения массы навески раствор доводят до кипения и приливают 50 $см^3$ кипящей азотной кислоты равными порциями в четыре приема при интенсивном перемешивании (кислоту предварительно кипятят до удаления окислов азота).

Выпадает осадок нитрата свинца.

Содержимое колбы упаривают до 90—80 $см^3$ (метка на колбе) и охлаждают в проточной воде в течение 40—50 мин. Раствор сливают в кварцевую чашку вместимостью 100 $см^3$. Осадок дважды промывают азотной кислотой по 15 $см^3$, тщательно перемешивая. После отстаивания промывной раствор декантируют в чашку с основным раствором и выпаривают под лампой до объема 2—3 $см^3$. Стенки чашки обмывают 10 $см^3$ воды, в которой полностью растворяют осадок, добавляют 1,0—1,5 $см^3$ раствора серной кислоты. Содержимое чашки выпаривают под лампой, затем на электроплитке до прекращения выделения паров сернистого ангидрида и прокаливают в муфельной печи в течение 30 мин при температуре 550 °С. Масса

концентрата должна быть не менее 200 мг. Если масса концентрата получается меньше, то добавляют до 200 мг недостающее количество сульфата свинца, используемого в качестве основы для приготовления образцов сравнения. Рассчитывают коэффициент обогащения по формуле

$$K = \frac{10000}{m},$$

где m — масса полученного концентрата примесей, мг.

Одновременно через весь ход анализа ведут контрольный опыт для внесения в результат анализа поправки на чистоту реактивов и условий опыта. Для этого в конические колбы вместимостью 250—300 $см^3$ приливают все реактивы, необходимые для растворения свинца, осаждения и отделения его нитрата (как при обогащении пробы). Содержимое колбы упаривают, переливают в кварцевую чашку. Стенки колбы обмывают 10 $см^3$ воды. Раствор упаривают под лампой до 2—3 $см^3$. Добавляют в чашку 200 мг сульфата свинца (основа для приготовления образцов сравнения) и 1,0—1,5 $см^3$ раствора серной кислоты.

Содержимое чашки выпаривают под лампой или на электроплитке до прекращения выделения паров сернистого ангидрида и прокаливают в муфельной печи при температуре 550 °С в течение 30 мин.

Полученный концентрат примесей пробы, контрольного опыта и образцы сравнения смешивают с графитовым порошком в соотношении 5:1, по 100 мг помещают с помощью воронки в кратер предварительно обожженного графитового электрода и уплотняют палочкой из оргстекла. Спектры фотографируют через трехступенчатый ослабитель на спектрографе типа ДФС-8 в дуге постоянного тока силой 15 А по два раза. Ширина щели спектрографа 0,015 мм. Время экспозиции 1 мин (до выгорания, плюс 10 с). Каждую пробу обогащают из трех навесок.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют интенсивность почернения аналитических линий определяемых элементов и близлежащего фона (длины волны в нм):

ванадий — 318,4
кобальт — 345,3
марганец — 279,4
хром 302,1 или хром 427,4.

По измеренным почернениям, пользуясь характеристической кривой фотопластинки, находят интенсивность линии и интенсивность фона и строят градуировочные графики в координатах lgJ, lgC,

где J — интенсивность линии с учетом фона;

C — массовая доля примесей в образцах сравнения, %.

По градуировочному графику находят массовую долю примеси в концентрате пробы (C_1) и концентрате контрольного опыта (C_2).

Массовую долю примеси в пробе свинца (C) в процентах вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_1}{K_1} - \frac{C_2}{K_2},$$

где K_1 — коэффициент обогащения пробы;

K_2 — коэффициент обогащения контрольного опыта.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений (каждое параллельное определение из двух спектрограмм).

Значение результатов анализа округляют и выражают числом с двумя значащими цифрами.

Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов двух анализов при доверительной вероятности P'=0,95 не должны превышать значений, указанных в таблице.

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей рассчитывают методом линейной интерполяции.

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Расхождение результатов параллельных определений n=3	Расхождение результатов двух анализов
Ванадий	$2{,}5 \cdot 10^{-6}$	$0{,}9 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$
	$4 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$
	$8 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-6}$
	$1 \cdot 10^{-5}$	$0{,}4 \cdot 10^{-5}$	$0{,}5 \cdot 10^{-5}$
	$2 \cdot 10^{-5}$	$0{,}7 \cdot 10^{-5}$	$0{,}9 \cdot 10^{-5}$
	$4 \cdot 10^{-5}$	$1{,}5 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
Кобальт	$1 \cdot 10^{-6}$	$0{,}4 \cdot 10^{-6}$	$0{,}6 \cdot 10^{-6}$
	$2 \cdot 10^{-6}$	$0{,}9 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$
	$4 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$
	$8 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-6}$
	$1{,}6 \cdot 10^{-5}$	$0{,}7 \cdot 10^{-5}$	$0{,}9 \cdot 10^{-5}$

Продолжение

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Расхождение результатов параллельных определений $n=3$	Расхождение результатов двух анализов
Марганец	$2{,}5 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$2\ 10^{-6}$
	$4 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$3\ 10^{-6}$
	$8 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-6}$
	$1 \cdot 10^{-5}$	$0{,}4 \cdot 10^{-5}$	$0{,}6 \cdot 10^{-5}$
	$2 \cdot 10^{-5}$	$0{,}9 \cdot 10^{-5}$	$1\ 10^{-5}$
	$4 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
Хром	$2{,}5 \cdot 10^{-6}$	$0{,}9 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$
	$4 \cdot 10^{-6}$	$1{,}5 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$
	$8 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-6}$
	$1\ 10^{-5}$	$0{,}4 \cdot 10^{-5}$	$0{,}5 \cdot 10^{-5}$
	$2\ 10^{-5}$	$0{,}7\ 10^{-5}$	$0{,}9 \cdot 10^{-5}$
	$4 \cdot 10^{-5}$	$1\ 10^{-5}$	$2\ 10^{-5}$

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ПОСТРОЕНИЯ ГРАДУИРОВОЧНЫХ ГРАФИКОВ

Основой приготовления образцов для построения градуировочных графиков служит сернокислый свинец, полученный из свинца высокой чистоты марок С0000 или С000 по ГОСТ 22861. Свинец растворяют в азотной кислоте 1:2 при нагревании (кварцевые колбы закрыты часовым стеклом). После полного растворения всей массы навески осаждают свинец в виде сернокислого соединения добавлением серной кислоты или ее раствора 1:1. Раствор с осадка сливают и отбрасывают. Осадок дважды промывают водой, высушивают и прокаливают в муфельной печи при температуре ~550 °С в течение 40—60 мин.

Сернокислый свинец хранят в полиэтиленовой посуде с завинчивающейся крышкой.

Стандартные растворы

Стандартные растворы ванадия: 0,0895 г V_2O_5 по ТУ 6—09—1948—78 помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ азотной кисло-

ты, нагревают и добавляют 10 $см^3$ перекиси водорода по ГОСТ 10929 (порциями по 2—3 $см^3$) до полного растворения массы навески. После охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ азотной кислоты и доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,5 мг ванадия.

20 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ азотной кислоты и доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 мг ванадия.

10 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ азотной кислоты и доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора В содержит 0,05 мг ванадия.

Стандартные растворы марганца: 0,050 г металлического марганца по ГОСТ 6008 помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в 5 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1. После растворения всей массы навески раствор нагревают до кипения для удаления окислов азота, охлаждают и количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора Г содержит 0,5 мг марганца.

20 $см^3$ раствора Г переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 5 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1 и доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора Д содержит 0,1 мг марганца.

10 $см^3$ раствора Г переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 5 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1 и доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора Е содержит 0,05 мг марганца.

Стандартные растворы хрома: 0,0731 г хромовокислого аммония $(NH_4)_2CrO_4$ по ГОСТ 3774 помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$ и растворяют в 10—15 $см^3$ воды. После растворения всей массы навески раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора Ж содержит 0,5 мг хрома.

20 $см^3$ раствора Ж переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора З содержит 0,1 мг хрома.

10 $см^3$ раствора З переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора И содержит 0,05 мг хрома.

Стандартные растворы кобальта: 0,050 г металлического кобальта по ГОСТ 123 помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$ и растворяют при нагревании в 10 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1. Полученный раствор нагревают до кипения для удаления окислов азота, охлаждают и переводят количественно в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора К содержит 0,5 мг кобальта.

10 $см^3$ раствора К переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 5 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1, доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора Л содержит 0,05 мг кобальта.

20 $см^3$ раствора Л переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 5 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1, доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора М содержит 0,01 мг кобальта.

Растворы могут храниться в течение 2—3 мес. При необходимости их анализируют атомно-абсорбционным или химическим методами.

Приготовление образцов сравнения: в кварцевую чашку помещают навеску основы массой 10 г, смачивают ее 1—2 $см^3$ воды, добавляют растворы в соответствии с таблицей, высушивают под инфракрасной лампой, затем на электроплитке и прокаливают в муфельной печи при температуре 550 °С в течение 1 ч.

Номер образца сравнения	Определяемый элемент	Массовая концентрация элемента в растворе, мг/$см^3$	Количество раствора, вносимое в образец сравнения, $см^3$	Массовая доля элемента в образце сравнения, %
1	Co	0,05	1,6	$8 \cdot 10^{-4}$
	V, Mn, Cr	0,1	2,0	$2 \cdot 10^{-3}$
2	Co	0,05	0,8	$4 \cdot 10^{-4}$
	V, Mn, Cr	0,1	1,0	$1 \cdot 10^{-3}$
3	Co	0,05	0,4	$2 \cdot 10^{-4}$
	V, Mn, Cr	0,1	0,5	$5 \cdot 10^{-4}$
4	Co	0,01	1,0	$1 \cdot 10^{-4}$
	V, Mn, Cr	0,05	0,5	$2,5 \cdot 10^{-4}$
5	Co	0,01	0,5	$5 \cdot 10^{-5}$
	V, Mn, Cr	0,05	0,25	$1,25 \cdot 10^{-4}$

Полученную массу каждого образца тщательно перемешивают кварцевым пестиком и хранят в бюксах или полиэтиленовых банках с завинчивающимися крышками.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Г.И. Иванов, Л.К. Ларина, Н.С. Беленкова, Н.Г. Ходякова, Г.Н. Сивкова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.07.86 № 2126**
3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**
4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 61—75	Разд. 2
ГОСТ 123—78	Приложение
ГОСТ 195—77	Разд. 2
ГОСТ 244—76	Разд. 2
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 3773—72	Разд. 2
ГОСТ 3774—76	Приложение
ГОСТ 4160—74	Разд. 2
ГОСТ 4221—76	Разд. 2
ГОСТ 6008—90	Приложение
ГОСТ 6709—72	Разд. 2
ГОСТ 10929—76	Приложение
ГОСТ 11125—84	Разд. 2
ГОСТ 14262—78	Разд. 2
ГОСТ 14919—83	Разд. 2
ГОСТ 19627—74	Разд. 2
ГОСТ 22306—77	1.1
ГОСТ 22518.1—77	1.2
ГОСТ 22861—93	Приложение
ГОСТ 23463—79	Разд. 2
ГОСТ 25664—83	Разд. 2
ТУ 6—09—1948—78	Приложение

5. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 08.04.92 № 375**
6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1997 г.) с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1992 г. (ИУС 7—92)**

Редактор *А.В. Цыганкова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 30.05.97. Подписано в печать 01.07.97.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,67. Тираж 133 экз. С651. Зак. 471.

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

gost.e-ecolog.ru