УДК 669.76:543.42:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# ВИСМУТ

## Спектральные методы анализа

ГОСТ 16274.8—77

Bismuth.
Spectral methods of analysis

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—01—01

Настоящий стандарт распространяется на висмут марок Ви00, Ви1, Ви2 и устанавливает спектральные методы определения содержания серебра, меди, кадмия, свинца, теллура, цинка, сурьмы, железа, кобальта, марганца и химико-спектральный метод определения мышьяка и теллура.

**(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 16274.0.

## 2. СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД АНАЛИЗА ВИСМУТА МАРОК Ви2 и Ви1

2.1. Сущность метода

Метод основан на возбуждении и регистрации эмиссионного спектра пробы.

Оценку концентрации элементов производят путем сравнения почернений и интенсивностей спектральных линий в пробах и градуировочных образцах.

Метод обеспечивает определение примесей в процентах в концентрациях:

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена



gost.e-ecolog.ru

серебра от $5 \cdot 10^{-2}$ до $5 \cdot 10^{-1}$;
свинца » $8 \cdot 10^{-1}$ » 3,0
меди » $1 \cdot 10^{-3}$ » $2 \cdot 10^{-1}$;
железа » $5 \cdot 10^{-3}$ » $1 \cdot 10^{-1}$;
сурьмы » $5 \cdot 10^{-3}$ » $1 \cdot 10^{-1}$;
цинка » $5 \cdot 10^{-3}$ » $1 \cdot 10^{-1}$;
мышьяка » $1 \cdot 10^{-5}$ » $5 \cdot 10^{-3}$;
теллура » $1 \cdot 10^{-5}$ » $5 \cdot 10^{-3}$.
} с химическим концентрированием

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрограф кварцевый типа ИСП-28 с трехлинзовой системой освещения (можно использовать кварцевый спектрограф средней дисперсии любого другого типа).

Ослабители трех- и девятиступенчатые.

Генератор искровой типа ИГ-2 или ИГ-3.

Генератор дуги типа ДГ-2.

Микрофотометр, предназначенный для измерения почернений спектральных линий.

Тигли фарфоровые № 5 и 6.

Чашки фарфоровые № 2.

Тигли железные вместимостью 150—200 $см^3$.

Печь муфельная или тигельная с регулятором температуры до 600 °С.

Изложница для отливки электродов цилиндрической формы диаметром 8 мм, длиной 50—100 мм.

Весы аналитические.

Напильники для заточки электродов.

Станок для заточки электродов.

Фотопластинки спектрографические типа II диапозитивные.

Электроды угольные из спектральных углей марки С-2; нижний с кратером глубиной 3 мм, диаметром 4 мм и толщиной стенок 0,5—0,7 мм, верхний — затачивается на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5—2,0 мм.

Прибор кварцевый для перегонки воды и кислот с кварцевым холодильником и приемником.

Кислота азотная ОС.Ч.21—4 или ОС.Ч.21—5 по ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1, 1:2.

Соль динатриевая этилендиамин тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652, 10 %-ный раствор.

Кальций хлористый по ТУ 6—09—4711, раствор 0,05 моль/$дм^3$.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, 5 %-ный раствор.
Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147 и раствор 1:1.
Ксиленоловый оранжевый, 0,5 %-ный водный раствор.
Висмут азотнокислый по ГОСТ 4110.
Висмут марки Ви00 по ГОСТ 10928.

Спектрально-чистый оксид висмута; готовят следующим образом: 300—400 г висмута марки Ви00 растворяют в 1000—1500 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Растворение проводят отдельными порциями по 40—50 г металла. Полученный раствор нитрата висмута выпаривают до сиропообразного состояния на водяной бане.

Спектрально-чистый оксид висмута можно приготовить из азотнокислого висмута. В этом случае 300—400 г азотнокислого висмута растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, подкисленной азотной кислотой, и выпаривают раствор до сиропообразного состояния. Полученный густой раствор переливают небольшими порциями (по 5—10 см$^3$) при тщательном перемешивании в коническую колбу, содержащую 2000 см$^3$ кипящей воды.

При этом выпадает кристаллический осадок основного нитрата висмута. Для лучшей кристаллизации содержимое колбы вновь доводят до кипения и оставляют на 2—3 ч. После этого сливают раствор, оставляя осадок основного нитрата висмута. Осадок отфильтровывают через плотный фильтр и промывают три раза водой, подкисленной азотной кислотой, после чего осадок переносят в кварцевый стакан, растворяют добавлением горячей концентрированной азотной кислоты, вновь выпаривают до сиропообразного состояния, затем высушивают, прокаливают при 500 °С до спектрально-чистого оксида висмута и хранят его в закрытой банке.

Весы торзионные типа ВТ, предел взвешивания до 1000 мг.

Примечание. Допускается применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектров и других спектральных приборов, других реактивов, материалов и фотопластинок, обеспечивающих получение показателей точности, установленных настоящим стандартом.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

2.3. Определение содержания серебра, свинца и меди

2.3.1. Подготовка проб

Спектральному анализу подвергают пробы в виде стержней диаметром 8 мм и длиной 50—100 мм.

Пробу отбирают ложкой из котла во время разливки металла или расплавляют порошок металлического висмута под слоем угольного

порошка в железном тигле. Расплавленный висмут отливают в изложницу. Пробы и образцы сравнения затачивают на плоскость напильником.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

2.3.2. Приготовление образцов сравнения.

Готовят лигатуру свинца и висмута, серебра и висмута, меди и висмута. Полученные лигатуры анализируют химическими методами и сплавляют в необходимых пропорциях. Затем лигатуру разбавляют висмутом марки Ви00 и получают образцы сравнения, содержащие определенное количество примесей (табл. 1). Концентрацию примесей в образцах сравнения устанавливают химическими методами, приведенными в настоящем стандарте.

Таблица 1

| Номер образца сравнения | Массовая доля примесей, % | | |
|---|---|---|---|
| | свинца | серебра | меди |
| 1 | 3,0 | 0,50 | 0,020 |
| 2 | 1,5 | 0,20 | 0,008 |
| 3 | 0,8 | 0,08 | 0,003 |

Примечание. Массовые доли примесей в образцах сравнения могут отличаться от указанных в таблице на ±30 отн. %.

**(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

2.3.3. Проведение анализа

В качестве источника возбуждения используют искровой генератор типа ИГ-3 или ИГ-2, включенный по сложной схеме. Режим работы генератора:

сила тока в первичной цепи трансформатора — 1,2 А;

вспомогательный искровой промежуток — 3 мм;

аналитический промежуток — 4,5 мм;

величина индуктивности— 0,15 мГ;

емкость конденсатора — 0,005 мкФ.

Спектры фотографируют на спектрографе типа ИСП-28 с трехлинзовой системой освещения. Ширина щели спектрографа 0,02 мм. Экспозиция — 45 с.

Проявление и фиксирование пластинок ведут, как указано в ГОСТ 16274.0.

2.3.4. Обработка результатов

Применяемые аналитические линии и линии сравнения приведены в табл. 2.

Таблица 2

| Определяемый элемент | Длина волны аналитической линии определяемого элемента, нм | Длина волны линии висмута — элемента сравнения, нм |
|---|---|---|
| Свинец | 244,62 | 249,95 |
| Серебро | 243,78 | 249,95 |
| Медь | 327,39 | 279,87 |

Концентрации примесей определяют по методу трех образцов сравнения. По три спектра образцов сравнения и по шесть спектров проб фотографируют на одной фотопластинке.

Измеряют почернение линий каждой примеси при помощи микрофотометра $S_{пр}$ и линии сравнения $S_{Bi}$. Находят разность между почернениями линий определяемой примеси и линии висмута, выбранной в качестве линии сравнения:

$$\Delta S = S_{пр} - S_{Bi}.$$

Из трех параллельных спектрограмм определяют среднее арифметическое значение разности почернений $\Delta S_{ср}$.

По результатам фотометрирования образцов сравнения строят градуировочные графики для определения примесей.

По оси ординат откладывают разности почернений примеси и основного вещества, а по оси абсцисс — логарифмы концентраций примеси в образце сравнения.

Содержание примеси в металлическом висмуте находят по известным значениям $\Delta S_{ср}$ по соответствующим градуировочным графикам.

Сходимость метода характеризуется относительным стандартным отклонением $S$ не более 0,03 при определении свинца, серебра и не более 0,1 — при определении меди.

Расхождение результатов двух параллельных определений ($d$) и результатов двух анализов ($D$) при доверительной вероятности 0,95 не должно превышать допускаемых расхождений, указанных в табл. 2а.

Таблица 2а

| Наименование элемента | Массовая доля элемента, % | Расхождение результатов двух параллельных определений, % | Расхождение результатов двух анализов, % |
|---|---|---|---|
| Свинец | $5 \cdot 10^{-2}$ | $1 \cdot 10^{-2}$ | $2 \cdot 10^{-2}$ |
| | $1 \cdot 10^{-1}$ | $0{,}2 \cdot 10^{-1}$ | $0{,}3\ 10^{-1}$ |
| | $5 \cdot 10^{-1}$ | $1 \cdot 10^{-1}$ | $2 \cdot 10^{-1}$ |
| | $8 \cdot 10^{-1}$ | $0{,}2 \cdot 10^{-1}$ | $0{,}3\ 10^{-1}$ |
| Серебро | 2,0 | 0,4 | 0,6 |
| | 3,0 | 0,6 | 0,9 |
| Медь | $1 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}3 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-3}$ |
| | $1 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}3 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-2}$ |
| | $1 \cdot 10^{-1}$ | $0{,}3\ 10^{-1}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-1}$ |
| | $2 \cdot 10^{-1}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-1}$ | $0{,}8 \cdot 10^{-1}$ |

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей рассчитывают методом линейной интерполяции или по формулам:

$d=0{,}2\overline{C}$; $D=0{,}3\overline{\overline{C}}$ при определении свинца и серебра;

$d=0{,}3\overline{C}$; $D=0{,}4\overline{\overline{C}}$ при определении меди,

где $\overline{C}$ — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений;

$\overline{\overline{C}}$ — среднее арифметическое результатов двух анализов.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, по трем спектрограммам каждое, полученных на одной фотопластинке.

**(Измененная редакция, Изм. № 3)**.

2.4. Определение содержания сурьмы, железа, цинка, мышьяка и теллура.

2.4.1. Приготовление пробы для определения сурьмы, железа, цинка

1 г висмута помещают в фарфоровый тигель, приливают 5—10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при умеренном нагревании. Раствор выпаривают досуха, остаток прокаливают в течение 30 мин в муфеле при 500 °С до получения окиси висмута. Подготовленную пробу растирают в агатовой ступке до частиц размером минус 0,074 мм и передают на спектральный анализ. Определение ведут из двух параллельных навесок.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

2.4.2. Приготовление концентрата мышьяка и теллура

Концентрат мышьяка и теллура получают трилонометрическим методом, основанным на свойстве комплексоната висмута в аммиачной среде (при pH 8) при прибавлении соли кальция переходить в комплексонат кальция. Вытесненный висмут выпадает в виде гидроокиси, увлекая с собой мышьяк, теллур и другие трехвалентные металлы.

Шесть навесок висмута по 3 г помещают в конические колбы из жаростойкого стекла вместимостью 250 $см^3$, приливают 15 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, закрывают часовым стеклом и при умеренном нагревании растворяют. После растворения навески часовое стекло снимают и раствор кипятят до удаления паров окислов азота. Затем приливают 45 $см^3$ горячего 10 %-ного раствора трилона Б и горячей водой доводят объем раствора до 100 $см^3$. После этого добавляют индикатор ксиленоловый оранжевый (2—3 капли) и титруют раствор 10 %-ным горячим раствором трилона Б до перехода малиновой окраски в желтую.

Раствор нейтрализуют аммиаком до pH 5 по индикаторной бумаге, титруют горячим раствором трилона Б до появления желтого окрашивания, добавляют 5 $см^3$ раствора аммиака, разбавленного 1:1, 4—5 $см^3$ раствора хлористого кальция 0,05 моль/$дм^3$ и кипятят 2 мин до выпадения осадка. Избыток хлористого кальция приводит к увеличению массы концентрата, т.е. уменьшению коэффициента обогащения.

Осадок отстаивают при слабом нагревании в течение 15 мин, фильтруют через плотный фильтр и промывают горячим 5 %-ным раствором азотнокислого аммония. Затем осадок на фильтре растворяют в небольшом количестве горячей азотной кислоты, разбавленной 1:2, собирая раствор во взвешенную фарфоровую чашку для выпаривания. В эту же чашку собирают раствор еще от двух параллельных навесок висмута. Раствор выпаривают при слабом нагревании, затем на горячей электроплитке. Края остывшей чашки обмывают 2—3 $см^3$ азотной кислоты и снова выпаривают при слабом нагревании. Осадок прокаливают в муфеле 30 мин при 500 °С до образования спектрально-чистого оксида висмута. Чашки с оксидом висмута взвешивают, определяют массу осадка и устанавливают коэффициент обогащения делением исходной навески 9 г (3 навески по 3 г) на массу полученного осадка. Концентрат передают на спектральный анализ. Одновременно через весь ход анализа с количеством реактивов, расходуемых на три параллельных навески, проводят контрольный опыт для внесения поправки в результат анализа.

2.4.3. Приготовление образцов сравнения

10 г спектрально-чистого оксида висмута растворяют в азотной кислоте, прибавляют по 10 $см^3$ растворов, содержащих 1 $мг/см^3$ железа, сурьмы, цинка и мышьяка.

Раствор выпаривают досуха, остаток прокаливают при 500 °С. Остаток смачивают водой (2—3 $см^3$) и добавляют 10 $см^3$ стандартного раствора теллура (концентрация 1 $мг/см^3$). Остаток высушивают при слабом нагревании. Приготовление стандартных растворов — по приложению к ГОСТ 16274.1.

Получают основной образец, содержащий по 0,1 % железа, сурьмы, цинка, мышьяка и теллура. Образцы сравнения с содержанием примесей 0,03; 0,01; 0,003; 0,001 % готовят последовательным разбавлением основного образца сравнения спектрально-чистым оксидом висмута.

2.4.2, 2.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

2.4.4. Проведение анализа

Навески по 30 мг подготовленных проб и образцов сравнения помещают в кратеры угольных электродов. От каждой пробы и образца сравнения готовят по два электрода.

Спектры фотографируют на спектрографе типа ИСП-28 с трехлинзовой системой освещения. Ширина щели — 0,025 мм, сила тока дуги — 15 А от генератора типа ДГ-2. Экспозиция — 40 с. В кассету помещают две фотопластинки: в коротковолновую область спектра — спектрографическую типа II, в длинноволновую — диапозитивную.

Для построения характеристической кривой на ту же пластинку фотографируют спектр железа через девятиступенчатый ослабитель. Проявление и фиксирование пластинок ведут, как указано в ГОСТ 16274.0.

2.4.5. Обработка результатов

На полученных спектрограммах измеряют почернение ($S_{л+ф}$) линий следующих длин волн (табл. 3) и минимальное почернение фона справа и слева от них.

Таблица 3

| Определяемый элемент | Длина волны аналитической линии, нм |
|---|---|
| Железо | 302,06 |
| Сурьма | 231,15 |
| Цинк | 334,50 |
| Мышьяк | 234,98 |
| Теллур | 239,57 |

Среднее из двух почернений фона принимают за истинное почернение фона. Измеряют степень интенсивности для построения характеристической кривой.

По характеристической кривой фотопластинки находят соответствующие измеренным почернениям значения логарифмов интенсивности $\lg I_{л+ф}$, $\lg I_{ф}$.

Вычисляют значение $\lg \frac{I_л}{I_ф}$, находят среднее арифметическое результатов, полученных по трем спектрограммам каждого градуировочного образца $\left(\lg \frac{I_л}{I_ф}\right)_{ср}$ и строят градуировочные графики в координатах $\lg \frac{I_л}{I_ф}$, $\lg C$, где $C$ — содержание примеси в образцах сравнения в процентах. Все расчеты производят, пользуясь расчетным прибором.

По полученным градуировочным графикам находят содержание примесей, соответствующее вычисленным для проб значениям

$$\left(\lg \frac{I_л}{I_ф}\right)_{ср}.$$

Расхождения результатов двух параллельных определений ($d$) и результатов двух анализов ($D$) при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать допускаемых расхождений, указанных в табл. 3а.

Таблица 3а

| Наименование элемента | Массовая доля элемента, % | Расхождение результатов двух параллельных определений, % | Расхождение результатов двух анализов, % |
|---|---|---|---|
| Железо | $5 \cdot 10^{-4}$ | $2 \cdot 10^{-4}$ | $2 \cdot 10^{-4}$ |
| | $1 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}3 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-3}$ |
| | $5 \cdot 10^{-3}$ | $2 \cdot 10^{-3}$ | $2 \cdot 10^{-3}$ |
| | $1 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}3 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-2}$ |
| | $2 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}8 \cdot 10^{-2}$ |
| Сурьма | $5 \cdot 10^{-3}$ | $2 \cdot 10^{-3}$ | $2 \cdot 10^{-3}$ |
| Цинк | $1 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}3 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-2}$ |
| | $2 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}8 \cdot 10^{-2}$ |
| Мышьяк | $1 \cdot 10^{-5}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-5}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-5}$ |

*Продолжение табл. 3а*

| Наименование элемента | Массовая доля элемента, % | Расхождение результатов двух параллельных определений, % | Расхождение результатов двух анализов, % |
|---|---|---|---|
| Теллур | $5 \cdot 10^{-5}$ | $2 \cdot 10^{-5}$ | $3 \cdot 10^{-5}$ |
| | $1 \cdot 10^{-4}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-4}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-4}$ |
| | $5 \cdot 10^{-4}$ | $2 \cdot 10^{-4}$ | $3 \cdot 10^{-4}$ |
| | $1 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-3}$ |
| | $2 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}8 \cdot 10^{-3}$ | $1 \cdot 10^{-3}$ |

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей рассчитывают методом линейной интерполяции или по формулам:

$d=0{,}3\overline{\overline{C}}$; $D=0{,}4\bar{C}$ при определении железа, сурьмы и цинка;

$d=0{,}4\bar{\bar{C}}$; $D=0{,}6\overline{\overline{C}}$ при определении мышьяка и теллура,

где $\overline{\overline{C}}$ — среднее арифметическое результатов двух анализов;

$\bar{C}$ — среднее арифметическое результатов параллельных определений.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, полученных на одной фотопластинке (при определении мышьяка и теллура готовят два концентрата, каждый из которых получают объединением растворов от трех навесок висмута).

2.4.4, 2.4.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

## 3. СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД АНАЛИЗА ВИСМУТА МАРКИ Ви00

3.1. Сущность метода

Метод основан на возбуждении и регистрации спектра элементов основы и примесей в дуге постоянного тока. Количественную оценку содержания примесей проводят методом сравнения интенсивностей спектров проб и образцов сравнения.

Прямой спектральный метод обеспечивает определение примесей в металлическом висмуте в процентах в следующих концентрациях:

серебро от $3 \cdot 10^{-6}$ до $3 \cdot 10^{-4}$;
медь » $3 \cdot 10^{-6}$ » $1 \cdot 10^{-3}$;
кадмий » $1 \cdot 10^{-5}$ » $1 \cdot 10^{-3}$;

теллур » $3 \cdot 10^{-4}$ » $3 \cdot 10^{-2}$;
свинец » $3 \cdot 10^{-3}$ » $2 \cdot 10^{-2}$;
цинк » $1 \cdot 10^{-3}$ » $1 \cdot 10^{-1}$;
сурьма » $3 \cdot 10^{-4}$ » $1 \cdot 10^{-2}$;
железо » $3 \cdot 10^{-4}$ » $3 \cdot 10^{-2}$;
кобальт » $1 \cdot 10^{-4}$ » $1 \cdot 10^{-2}$;
марганец » $1 \cdot 10^{-5}$ » $3 \cdot 10^{-4}$.

**(Измененная редакция, Изм, № 2, 3).**

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрограф кварцевый типа ИСП-28 с трехлинзовой системой освещения (можно использовать кварцевый спектрограф средней дисперсии любого другого типа).

Ослабители трех- и девятиступенчатые.

Генератор дуги типа ДГ-2.

Источник постоянного тока, обеспечивающий напряжение не менее 200 В и рассчитанный на нагрузку не менее 30 А.

Микрофотометр, предназначенный для измерения почернений спектральных линий.

Весы аналитические.

Электроды угольные из спектральных углей марки С-2 — нижний с кратером глубиной 6 мм и диаметром 4,5 мм.

Ступки и пестики стальные и агатовые.

Фотопластинки спектрографические типов II и УФШ.

Станок для заточки угольных электродов.

Боксы, кюветы, стеклянные колпачки для хранения электродов.

Формалин по ГОСТ 1625.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Фенол по ТУ 6—09—5303 или клей медицинский БФ-6, разбавленный этиловым спиртом 1:5.

Бакелитовый клей; готовят следующим образом: 25 г фенола и 25 г формалина помещают во взвешенную фарфоровую чашку и нагревают на водяной бане, затем добавляют 5—7 $см^3$ аммиака и ставят на водяную кипящую баню (аммиак готовят насыщением тридистиллята воды). Клей варят 5—6 ч, помешивая палочкой до тех пор, пока он не станет желто-янтарный, прозрачный. Вытянутая кварцевой палочкой нить клея должна быть тонкой и хрупкой, клей не должен пахнуть. Когда клей готов, его взвешивают и сразу добавляют спирт для получения 5 %-ного раствора.

Бакелитовый клей хранят в стеклянной баночке с притертой пробкой.

Весы торзионные типа ВТ, предел взвешивания до 1000 мг.

Образцы сравнения, приготовленные по приложению.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

3.3. Подготовка проб

5—10 г металлического висмута дробят до порошкообразного состояния, растирают в агатовой ступке. Порошок металла смешивают в кварцевом тигле с графитом порошковым в соотношении 30:1. К смеси добавляют 5 %-ный спиртовой раствор бакелитового клея или спиртового раствора клея БФ-6 из расчета 2 $см^3$ на 25 г порошка. Смесь тщательно размешивают, подсушивают при 100 °С и растирают.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.4. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.5. Проведение анализа

Угольные электроды предварительно обжигают в дуге постоянного тока силой 12 А в течение 15 с.

После обжига в кратер угольного электрода загружают по 30 мг порошка пробы и образцов сравнения. Для каждого образца сравнения берут по три, пробы — по шесть навесок.

Для регистрации спектров используют спектрограф типа ИСП-28 с трехлинзовой системой освещения. Ширина щели — 0,01 мм. Перед щелью спектрографа устанавливают двуступенчатый ослабитель со ступеньками пропускаемости 10 и 100 %. Пробы и образцы сравнения сжигают в дуге постоянного тока силой 12 А. Экспозиция — 2 мин. Спектры образцов сравнения и проб фотографируют по три раза на двух параллельных пластинах. Характеристическую кривую фотопластинки строят по маркам интенсивности (ГОСТ 24977.1, приложение 2).

Проявление и фиксирование пластинок ведут, как указано в ГОСТ 16274.0.

3.6. Обработка результатов

Подсчет результатов анализа проводят, как указано в п. 2.4.5.

Применяемые аналитические линии приведены в табл. 5.

Таблица 5

| Определяемый элемент | Длина волны аналитической линии определяемого элемента, нм |
|---|---|
| Серебро | 328,07 |
| Медь | 324,76 |
| Кадмий | 228,80 |

*Продолжение табл. 5*

| Определяемый элемент | Длина волны аналитической линии определяемого элемента, нм |
|---|---|
| Теллур | 238,57 |
| Свинец | 283,31 |
| Цинк | 334,50 |
| Железо | 271,90 |
| Марганец | 279,48 |
| Сурьма | 259,81 |
| Кобальт | 341,26 |

Сходимость метода характеризуется относительным стандартным отклонением $S$ не более 0,2 при определении серебра, меди, свинца, кобальта, марганца, сурьмы, железа и не более 0,3 — при определении кадмия, теллура, цинка.

Расхождения результатов двух параллельных определений ($d$) и результатов двух анализов ($D$) при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, указанных в табл. 5а.

Таблица 5а

| Наименование элемента | Массовая доля элемента, % | Расхождение результатов двух параллельных определений, % | Расхождение результатов двух анализов, % |
|---|---|---|---|
| Серебро | $3 \cdot 10^{-6}$ | $1 \cdot 10^{-6}$ | $2 \cdot 10^{-6}$ |
| Медь | $1 \cdot 10^{-5}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-5}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-5}$ |
| | $3 \cdot 10^{-5}$ | $1 \cdot 10^{-5}$ | $2 \cdot 10^{-5}$ |
| | $1 \cdot 10^{-4}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-4}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-4}$ |
| | $3 \cdot 10^{-4}$ | $1 \cdot 10^{-4}$ | $2 \cdot 10^{-4}$ |
| Свинец | $3 \cdot 10^{-3}$ | $1 \cdot 10^{-3}$ | $2 \cdot 10^{-3}$ |
| | $1 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-2}$ |
| | $2 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}8 \cdot 10^{-2}$ | $1 \cdot 10^{-2}$ |
| Кобальт | $1 \cdot 10^{-4}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-4}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-4}$ |
| | $5 \cdot 10^{-4}$ | $2 \cdot 10^{-4}$ | $3 \cdot 10^{-4}$ |
| | $1 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-3}$ |
| | $5 \cdot 10^{-3}$ | $2 \cdot 10^{-3}$ | $3 \cdot 10^{-3}$ |
| | $1 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-2}$ |
| Марганец | $1 \cdot 10^{-5}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-5}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-5}$ |
| | $2 \cdot 10^{-5}$ | $1 \cdot 10^{-5}$ | $2 \cdot 10^{-5}$ |
| | $1 \cdot 10^{-4}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-4}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-4}$ |
| | $3 \cdot 10^{-4}$ | $1 \cdot 10^{-4}$ | $2 \cdot 10^{-4}$ |

*Продолжение табл. 5а*

| Наименование элемента | Массовая доля элемента, % | Расхождение результатов двух параллельных определений, % | Расхождение результатов двух анализов, % |
|---|---|---|---|
| Сурьма | $3 \cdot 10^{-4}$ | $1 \cdot 10^{-4}$ | $2 \cdot 10^{-4}$ |
| | $1 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-3}$ |
| | $3 \cdot 10^{-3}$ | $1 \cdot 10^{-3}$ | $2 \cdot 10^{-3}$ |
| | $1 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-2}$ |
| Железо | $3 \cdot 10^{-4}$ | $1 \cdot 10^{-4}$ | $2 \cdot 10^{-4}$ |
| | $1 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}6\ 10^{-3}$ |
| | $3 \cdot 10^{-3}$ | $1 \cdot 10^{-3}$ | $2\ 10^{-3}$ |
| | $1 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}4\ 10^{-2}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-2}$ |
| | $3 \cdot 10^{-2}$ | $1 \cdot 10^{-2}$ | $2\ 10^{-2}$ |
| Кадмий | $1 \cdot 10^{-5}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-5}$ | $0{,}8 \cdot 10^{-5}$ |
| | $3 \cdot 10^{-5}$ | $2\ 10^{-5}$ | $2 \cdot 10^{-5}$ |
| | $1 \cdot 10^{-4}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-4}$ | $0{,}8 \cdot 10^{-4}$ |
| | $3 \cdot 10^{-4}$ | $2 \cdot 10^{-4}$ | $2 \cdot 10^{-4}$ |
| | $1 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}8 \cdot 10^{-3}$ |
| Теллур | $3 \cdot 10^{-4}$ | $2 \cdot 10^{-4}$ | $2 \cdot 10^{-4}$ |
| | $1 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}8 \cdot 10^{-3}$ |
| | $3 \cdot 10^{-3}$ | $2 \cdot 10^{-3}$ | $2 \cdot 10^{-3}$ |
| | $1\ 10^{-2}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}8 \cdot 10^{-2}$ |
| | $3\ 10^{-2}$ | $2 \cdot 10^{-2}$ | $2 \cdot 10^{-2}$ |
| Цинк | $1\ 10^{-3}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}8 \cdot 10^{-3}$ |
| | $3 \cdot 10^{-3}$ | $2 \cdot 10^{-3}$ | $2 \cdot 10^{-3}$ |
| | $1\ 10^{-2}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-2}$ | $0{,}8 \cdot 10^{-2}$ |
| | $2\ 10^{-2}$ | $2 \cdot 10^{-2}$ | $2 \cdot 10^{-2}$ |
| | $1\ 10^{-1}$ | $0{,}6 \cdot 10^{-1}$ | $0{,}8 \cdot 10^{-1}$ |

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей рассчитывают методом линейной интерполяции или по формулам:

$d=0{,}4\overline{C}$; $D=0{,}6\overline{\overline{C}}$ при определении серебра, меди, свинца, кобальта, марганца, сурьмы и железа;

$d=0{,}6\overline{C}$; $D=0{,}8\overline{\overline{C}}$ при определении кадмия, теллура и цинка,

где $\overline{\overline{C}}$ — среднее арифметическое результатов двух анализов;

$\overline{C}$ — среднее арифметическое результатов параллельных определений.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, по трем спектрограммам каждое, полученных на одной фотопластинке.

3.5, 3.6. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

*ПРИЛОЖЕНИЕ*
*Обязательное*

## ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРОВ И ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ПОСТРОЕНИЯ ГРАДУИРОВОЧНОГО ГРАФИКА

Основой для приготовления образцов сравнения служит висмут марок Ви0000 или Ви000. Примеси вводят стандартными растворами на графит порошковый, который смешивают в соотношении 1:30 с висмутом.

Стандартные растворы готовят по приложению к ГОСТ 16274.1 с дополнением.

Стандартный раствор В меди и кадмия: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ переносят по 10 $см^3$ стандартных растворов А, содержащих по 5 $мг/см^3$ меди и кадмия. Доводят до метки водой, перемешивают.

1 $см^3$ раствора В содержит по 0,5 мг меди и кадмия.

Стандартный раствор Д марганца и серебра: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ переносят по 10 $см^3$ стандартных растворов Б, содержащих по 1 $мг/см^3$ марганца и серебра. Доводят до метки водой, перемешивают.

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

Образец сравнения № 1: в кварцевую или фторопластовую чашку помещают 2 г графита порошкового и расчетное количество стандартных растворов, указанное в таблице.

Раствор выпаривают досуха под инфракрасной лампой при температуре (100±10) °С.

Методом последовательного разбавления образца № 1 и каждого вновь приготовленного образца графитовым порошком в 2—3 раза получают серию рабочих образцов сравнения.

По 1 г каждого из приготовленных образцов помещают в ступку, добавляют по 30 г мелкоизмельченного висмута марок Ви0000 или Ви000, тщательно перетирают. Затем в два приема по 2 $см^3$ добавляют спиртовой раствор бакелитового клея или клея БФ-6, каждый раз высушивая раствор клея при температуре (100±10) °С, и вновь перемешивают.

Образцы сравнения хранят в бюксах или банках с крышками.

| Определяемый элемент | Количество стандартного раствора, $см^3$, необходимое для изготовления образца № 1 | | | Массовая доля примеси, %, в расчете на 30 г висмута (графит порошковый: висмут 1:30) |
|---|---|---|---|---|
| | раствор 5 $мг/см^3$ | раствор В | раствор Д | |
| Марганец | — | — | 1,8 | 0,0003 |
| Серебро | — | — | 1,8 | 0,0003 |
| Кадмий | — | 1,2 | — | 0,001 |

*Продолжение таблицы*

| Определяемый элемент | Количество стандартного раствора, $см^3$, необходимое для изготовления образца № 1 | | | Массовая доля примеси, %, в расчете на 30 г висмута (графит порошковый: висмут 1:30) |
|---|---|---|---|---|
| | раствор 5 $мг/см^3$ | раствор В | раствор Д | |
| Медь | — | 1,2 | — | 0,001 |
| Кобальт | 1,2 | — | — | 0,01 |
| Сурьма | 1,2 | — | — | 0,01 |
| Железо | 3,6 | — | — | 0,03 |
| Теллур | 3,6 | — | — | 0,03 |
| Свинец | 3,6 | — | — | 0,03 |
| Цинк | 12,0 | — | — | 0,1 |

**(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

**РАЗРАБОТЧИКИ**

**П.С. Поклонский, Ф.М. Мумджи, Г.В. Хабарова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25.01.77 № 172**

3. **Периодичность проверки 5 лет**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 16274.8—70**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|---|
| ГОСТ 1625—89 | 3.2 |
| ГОСТ 4110—75 | 2.2 |
| ГОСТ 10652—73 | 2.2 |
| ГОСТ 10928—90 | 2.2 |
| ГОСТ 11125—84 | 2.2. |
| ГОСТ 13911.6—68 | 2.4.5 |
| ГОСТ 16274.0—77 | 2.3.3, 2.4.4, 3.5 |
| ГОСТ 16274.1—77 | 2.4.3, 3.4 |
| ГОСТ 18300—87 | 3.2 |
| ГОСТ 22867—77 | 2.2 |
| ГОСТ 24147—80 | 2.2 |
| ГОСТ 24977.1—81 | 3.5 |
| ТУ 6—09—4711—81 | 2.2 |
| ТУ 6—09—5303—86 | 3.2 |

6. **Постановлением Госстандарта от 30.07.92 № 836 снято ограничение срока действия**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1983 г., июне 1987 г., июле 1992 г. (ИУС 5—83, 11—87, 10—92)**

gost.e-ecolog.ru