УДК 669.22:543.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕРЕБРО

Метод атомно-эмиссионного анализа с индукционной плазмой

Silver. Method of atomic-emission analysis with inductive plasma

ГОСТ 28353.2—89

МКС 39.060
77.120.99
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт устанавливает атомно-эмиссионный (с индукционной высокочастотной плазмой) метод определения примесей: золота, меди, железа, платины, палладия, родия, висмута, свинца, сурьмы, цинка, кобальта, никеля, мышьяка, теллура и марганца в серебре с массовой долей серебра не менее 99,9 %.

Стандарт не распространяется на серебро высокой чистоты.

Метод основан на возбуждении атомов пробы в индукционной высокочастотной плазме и измерении интенсивности аналитической спектральной линии определяемого элемента при распылении раствора анализируемой пробы в плазму. Связь интенсивности линии с массовой концентрацией элемента в растворе устанавливают с помощью градуировочного графика.

Метод позволяет определять массовые доли примесей в интервалах, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Определяемый элемент	Массовая доля, %
Золото	От 0,0001 до 0,01	Сурьма	От 0,0005 до 0,01
Медь	» 0,0002 » 0,01	Цинк	» 0,0001 » 0,01
Железо	» 0,0001 » 0,01	Кобальт	» 0,0002 » 0,01
Платина	» 0,0003 » 0,01	Никель	» 0,0001 » 0,01
Палладий	» 0,0001 » 0,01	Мышьяк	» 0,0005 » 0,01
Родий	» 0,0002 » 0,01	Теллур	» 0,0003 » 0,01
Висмут	» 0,0003 » 0,01	Марганец	» 0,0001 » 0,01
Свинец	» 0,0005 » 0,01		

Нормы погрешности результатов анализа для определяемых значений массовых долей примесей с доверительной вероятностью $P = 0,95$ приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля примеси, %	Норма погрешности $\Delta_н$, %	Массовая доля примеси, %	Норма погрешности $\Delta_н$, %
0,00010	± 0,00006	0,0030	± 0,0005
0,00030	± 0,00015	0,0050	± 0,0007
0,0005	± 0,0002	0,0100	± 0,0015
0,0010	± 0,0003		

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа и требования безопасности по ГОСТ 28353.0.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрально-аналитический комплекс, состоящий из высокочастотного генератора мощностью 0,8—1,5 кВт, плазменной горелки с распылительной системой, квантометра (полихроматора) или монохроматора с обратной линейной дисперсией не хуже 0,5 нм/мм и фотоэлектрической регистрацией интенсивности излучения, управляющей ЭВМ, дисплея и печатающего устройства.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Весы аналитические 2-го класса.

Электропечь муфельная с терморегулятором на температуру 900 °С.

Плита электрическая с закрытой спиралью.

Ступка агатовая.

Стаканы стеклянные вместимостью 50, 100, 200, 250 и 300 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Колбы стеклянные вместимостью 25, 50, 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Тигли корундовые.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$ с делениями по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227—ГОСТ 29230.

Колбы мерные вместимостью 25, 50 и 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента», «белая лента» по ТУ 6—09—1678.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1, 1:5, 1:10 и 1:100.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1, 1:10.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262 и разбавленная 1:9.

Бария перекись особой чистоты по ТУ 6—09—03—462.

Серебро высокой чистоты по ТУ 48—1—10.

Золото по ГОСТ 6835.

Железо карбонильное, радиотехническое по ГОСТ 13610.

Медь по ГОСТ 859.

Висмут по ГОСТ 10928.

Свинец высокой чистоты по ГОСТ 22861.

Цинк по ГОСТ 3640.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Кобальт по ГОСТ 123.

Никель по ГОСТ 849.

Теллур по ГОСТ 17614.

Палладий в порошке по ГОСТ 14836.

Марганец металлический по ГОСТ 6008.

Мышьяк металлический особой чистоты по НТД.

Платина в порошке по ГОСТ 14837.

Родий в порошке по ГОСТ 12342 или родий треххлористый четырехводный по ТУ 6—09—2024.

Стандартные образцы состава серебра.

Растворы, содержащие по 1 $мг/см^3$ висмута, меди, никеля, свинца, железа, кобальта и мышьяка: навеску каждого из перечисленных металлов массой 100 мг растворяют в 10 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор кипятят до удаления оксидов азота, переносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Растворы, содержащие по 1 $мг/см^3$ золота, платины, сурьмы и теллура: навеску каждого из перечисленных металлов массой 100 мг растворяют в 20 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании, раствор упаривают до объема 3—5 $см^3$, приливают 20 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Растворы, содержащие по 1 $мг/см^3$ цинка и марганца: навеску каждого из перечисленных металлов массой 100 мг растворяют в 10 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1) при нагревании. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Раствор, содержащий 1 $мг/см^3$ палладия: навеску палладия массой 100 мг растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты при нагревании, раствор упаривают до объема 3—5 $см^3$, приливают 20 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Раствор, содержащий 1 $мг/см^3$ родия, готовят одним из приведенных способов:

1) Навеску родия (в виде порошка) массой 100 мг тщательно перемешивают с пятикратным количеством перекиси бария, перетирают в агатовой ступке, переносят в корундовый тигель и спекают в течение 2—3 ч при температуре 800—900 °С (тигель ставят в холодный муфель). Спек охлаждают, переносят в стакан вместимостью 200 см^3, смачивают водой и растворяют в растворе соляной кислоты (1:1) до полного растворения. Если после растворения спека в растворе соляной кислоты остается остаток, спекание и растворение повторяют. Полученный раствор разбавляют водой до объема 50 см^3 и осаждают сульфат бария добавлением раствора серной кислоты (1:9) порциями при постоянном перемешивании. Раствор нагревают до температуры 60—70 °С. Через 2—3 ч проверяют полноту осаждения сульфата бария и отфильтровывают его через фильтр «синяя лента» или двойной фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Осадок на фильтре промывают 4—5 раз горячим раствором соляной кислоты (1:5), а затем 5—6 раз горячей водой. Раствор доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

2) Навеску треххлористого родия массой 273,4 мг растворяют в 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) при слабом нагревании, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Раствор А: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают по 1 см^3 растворов золота, платины, палладия, родия, железа, меди, висмута, теллура, кобальта, никеля, мышьяка, сурьмы, свинца, цинка и марганца, добавляют 20 см^3 соляной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора содержит по 10 мкг каждого из определяемых элементов; устойчив в течение месяца.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора А, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают. 1 см^3 раствора содержит по 1 мкг каждого из определяемых элементов; готовят в день применения.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка проб к анализу без отделения серебра

Для выполнения анализа отбирают две навески серебра массой по 0,5—1,0 г, каждую из которых помещают в стакан вместимостью 50—100 см^3 и очищают поверхность серебра по ГОСТ 28353.0.

Навеску растворяют при слабом нагревании в 10 см^3 раствора азотной кислоты (1:1). После растворения серебра прибавляют 10 см^3 воды, отфильтровывают раствор в колбу вместимостью 50—100 см^3 через двойной фильтр «синяя лента» с добавлением мацерированной бумаги и промывают осадок, содержащий золото и родий, раствором азотной кислоты (1:10). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50—100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают (раствор 1).

Раствор 1 анализируют на содержание мышьяка, висмута, меди, кобальта, железа, марганца, никеля, свинца, палладия, платины, теллура и цинка.

Фильтр с осадком помещают в стакан вместимостью 50 см^3, добавляют 5 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1), выдерживают на плите 5—10 мин при слабом нагревании, добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты (1:5) и отфильтровывают раствор в колбу вместимостью 50 см^3. Фильтр промывают раствором соляной кислоты (1:10). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доводят до метки водой и перемешивают (раствор 2).

Раствор 2 анализируют на содержание золота.

Одновременно через все стадии подготовки проб к анализу проводят два контрольных опыта на чистоту реактивов.

3.2. Подготовка проб к анализу с отделением серебра

3.2.1. Для выполнения анализа отбирают две навески серебра массой по 0,5—2,0 г, каждую из которых помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и очищают поверхность серебра по ГОСТ 28353.0.

В стакан приливают 10 см^3 раствора азотной кислоты (1:1) и растворяют навеску при слабом нагревании. После полного растворения серебра прибавляют 5 см^3 соляной кислоты и растворяют золото и родий при слабом нагревании в течение 3—5 мин. Раствор разбавляют горячей водой до объема 150—200 см^3 и сразу же отфильтровывают в стакан вместимостью 300 см^3 через фильтр «синяя лента», предварительно промытый 4—5 раз горячим раствором соляной кислоты (1:100) и 2—3 раза горячей водой, не перенося осадок хлорида серебра на фильтр. Осадок промывают декантацией 5—6 раз горячим раствором соляной кислоты (1:100). Раствор (фильтрат 1) упаривают при умеренном нагревании до объема 2—3 см^3.

3.2.2. Фильтр, через который проводилось фильтрование, помещают в стакан с осадком хлорида серебра и прибавляют по 10 см^3 серной и азотной кислот. Пробу выдерживают при комнатной

температуре до прекращения бурной реакции, затем нагревают до выделения густых паров серного ангидрида. Стакан переставляют на переднюю часть плиты, осторожно по стенке стакана прибавляют 4—5 капель азотной кислоты и снова нагревают до густых паров серного ангидрида. Операцию прибавления азотной кислоты повторяют до полного растворения хлорида серебра. Раствор упаривают до влажных солей, охлаждают, прибавляют 10 см^3 азотной кислоты, 100 см^3 горячей воды и нагревают до растворения солей. К раствору прибавляют 3 см^3 соляной кислоты и сразу же фильтруют в стакан с упаренным фильтратом 1 через фильтр «синяя лента», предварительно подготовленный, как указано в п. 3.2.1. Осадок промывают декантацией 6—7 раз горячим раствором соляной кислоты (1:100). Фильтрат упаривают при умеренном нагревании до объема 2—3 см^3.

К остатку после упаривания прибавляют 3 см^3 соляной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25—50 см^3, ополаскивают стакан водой. Раствор доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают. Полученный раствор поступает на анализ.

Одновременно через все стадии подготовки проб к анализу проводят два контрольных опыта на чистоту реактивов.

3.3. Приготовление растворов сравнения

3.3.1. Для определения примесей в серебре без отделения серебра используют растворы сравнения, полученные при растворении стандартных образцов состава серебра.

Для этого отбирают по две навески стандартных образцов состава массой по 0,5—1,0 г, массовые доли примесей в которых меньше и больше ожидаемых массовых долей примесей в анализируемом образце. Растворение навесок и приготовление растворов проводят по п. 3.1 одновременно с подготовкой проб к анализу.

3.3.2. Для определения примесей в серебре с отделением серебра используют растворы сравнения, приготовленные из растворов А и Б.

Растворы сравнения с массовой концентрацией определяемых элементов 0,01; 0,03; 0,05; 0,10; 0,20; 0,40 и 1,00 мкг/см^3: в мерные колбы вместимостью 50 см^3 вводят аликвотные части раствора А или Б (табл. 3), доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Таблица 3

Раствор сравнения	Объем вводимого раствора А или Б, см^3	Массовая концентрация элементов, мкг/см^3
	Раствор Б	
РС-1	0,5	0,01
РС-2	1,5	0,03
РС-3	2,5	0,05
РС-4	5,0	0,10
	Раствор А	
РС-5	1,0	0,20
РС-6	2,0	0,40
РС-7	5,0	1,00

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Спектрально-аналитический комплекс готовят к работе, включают и проводят измерения аналитического сигнала в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора.

Длина волн аналитических спектральных линий приведена в табл. 4.

Таблица 4

Определяемый элемент	Длина волны, нм	Определяемый элемент	Длина волны, нм
Золото	242,80	Сурьма	206,83
Медь	324,75	Цинк	213,86
Железо	238,20	Кобальт	228,62
Платина	265,94	Никель	231,60
Палладий	363,47; 340,46	Мышьяк	193,70
Родий	343,49	Теллур	214,28
Висмут	223,06	Марганец	257,61
Свинец	220,35		

Последовательно вводят в плазму растворы сравнения и с помощью специальной программы методом наименьших квадратов получают числовые значения коэффициентов полиномов, аппроксимирующих градуировочные характеристики для каждого из определяемых элементов, которые вводят в долговременную память ЭВМ.

Градуировочные характеристики получают в координатах: интенсивность аналитической линии определяемого элемента за вычетом интенсивности излучения спектра для раствора контрольного опыта на длине волны аналитической линии определяемого элемента — массовая концентрация элемента в растворах сравнения.

Растворы анализируемых проб вводят в плазму и измеряют интенсивности аналитических линий определяемых элементов. В соответствии с программой для каждого раствора выполняют по 3 измерения интенсивности и вычисляют среднее значение, по которому с помощью градуировочной характеристики находят концентрацию элемента в мкг/см^3 в растворе пробы.

Примечание. При переходе от анализа азотнокислых растворов серебра к солянокислым и наоборот необходимо тщательно промывать распылительную систему раствором азотной кислоты (1:10) и водой до отрицательной реакции на ионы серебра или хлорид-ионы соответственно.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю определяемого элемента (X) в процентах рассчитывают по формуле

$$X = \frac{c \cdot V}{m} \cdot 10^{-4},$$

где c — массовая концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе, мкг/см^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, каждое из которых выполнено из отдельной навески.

5.2. Расхождение результатов параллельных определений (разность между большим и меньшим из двух результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа (разность между большим и меньшим из двух результатов анализа) не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, установленных с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ и приведенных в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля элемента, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	Массовая доля элемента, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
0,00010	0,00008	0,0030	0,0005
0,0003	0,0002	0,0050	0,0006
0,0005	0,0003	0,0100	0,0007
0,0010	0,0005		

Для промежуточных значений массовых долей определяемых элементов допускаемые расхождения рассчитывают методом линейной интерполяции.

6. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности анализа проводят по стандартным образцам состава серебра в соответствии с ГОСТ 28353.0.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Главным управлением драгоценных металлов и алмазов при Совете Министров СССР и Министерством цветной металлургии СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

Ю.А. Карпов, д-р хим.наук (руководитель темы); **О.А. Ширяева,** канд.хим.наук; **Л.Н. Рязанова,** канд. хим. наук; **И.Н. Владимирская; С.В. Соколов; Т.Д. Горностаева,** канд. хим. наук; **Л.В. Потанина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.11.89 № 3523**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 123—98	2	ГОСТ 14262—78	2
ГОСТ 849—97	2	ГОСТ 14836—82	2
ГОСТ 859—2001	2	ГОСТ 14837—79	2
ГОСТ 1089—82	2	ГОСТ 17614—80	2
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 22861—93	2
ГОСТ 3640—94	2	ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 6008—90	2	ГОСТ 28353.0—89	1; 3.1; 3.2.1; 6
ГОСТ 6835—2002	2	ГОСТ 29169—91	2
ГОСТ 10157—79	2	ГОСТ 29227-91—ГОСТ 29230-91	2
ГОСТ 10928—90	2	ТУ 6-09-03-462—78	2
ГОСТ 11125—84	2	ТУ 6-09-1678—86	2
ГОСТ 12342—81	2	ТУ 6-09-2024—78	2
ГОСТ 13610—79	2	ТУ 48-1-10—87	2
ГОСТ 14261—77	2		

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2005 г.**

gost.e-ecolog.ru