УДК 669.22:543.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕРЕБРО

Метод атомно-эмиссионного анализа

Silver. Method of atomic-emission analysis

ГОСТ 28353.1—89

МКС 39.060
77.120.99
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт устанавливает метод атомно-эмиссионного 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 испарении и возбуждении атомов пробы из глобулы (жидкой капли расплава) в дуговом разряде, фотографической регистрации спектра с последующим измерением интенсивности спектральных линий определяемых элементов. Связь интенсивности линии с массовой долей элемента в пробе устанавливают с помощью градуировочного графика по стандартным образцам.

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

Таблица 1

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Определяемый элемент	Массовая доля, %
Золото	От 0,0002 до 0,01	Сурьма	От 0,0002 до 0,005
Медь	» 0,0002 » 0,02	Цинк	» 0,0005 » 0,005
Железо	» 0,0001 » 0,01	Кобальт	» 0,0002 » 0,003
Платина	» 0,0002 » 0,01	Никель	» 0,0002 » 0,002
Палладий	» 0,0002 » 0,01	Мышьяк	» 0,0002 » 0,004
Родий	» 0,0002 » 0,003	Теллур	» 0,001 » 0,01
Висмут	» 0,0001 » 0,005	Марганец	» 0,0001 » 0,005
Свинец	» 0,0002 » 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	± 0,0008
0,00030	± 0,00015	0,0050	± 0,0015
0,00050	± 0,00025	0,010	± 0,002
0,0010	± 0,0004	0,020	± 0,005

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

Спектрограф средней дисперсии с одно-, трехлинзовой системой освещения.
Генератор, обеспечивающий дуговой разряд переменного тока.
Штатив с принудительным охлаждением.
Микрофотометр.
Фотопластинки спектрографические типов 1, 2, 3, ЭС или другие контрастные фотоматериалы.
Плита электрическая с закрытой спиралью.
Печь сопротивления мощностью 5 кВт.
Электроды угольные спектрально-чистые:
нижние — диаметром 6—8 мм, длиной 30—50 мм с конусным углублением 1 мм;
верхние — диаметром 6—8 мм, длиной 30—50 мм, заточенные на усеченный конус.
Металлорезы.
Станок для заточки угольных электродов.
Весы аналитические 2-го класса.
Ослабитель трехступенчатый.
Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.
Проявитель:

метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664	2,2 г
натрий сернисто-кислый по ГОСТ 195	96 г
гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627	8,8 г
натрий углекислый по ГОСТ 83	4,8 г
калий бромистый по ГОСТ 4160	5 г
вода дистиллированная по ГОСТ 6709	до 1000 $см^3$

Фиксаж:

натрия тиосульфат кристаллический по ГОСТ 244	300 г
аммоний хлористый по ГОСТ 3773	20 г
вода дистиллированная по ГОСТ 6709	до 1000 $см^3$

Стаканчики графитовые, изготовленные из спектрально-чистого графита.
Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.
Стандартные образцы состава серебра.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

От каждой пробы отбирают не менее восьми навесок массой по 200 мг, от каждого стандартного образца — не менее четырех навесок массой по 200 мг. Поверхность серебра очищают в соответствии с ГОСТ 28353.0. Затем каждую навеску помещают в чистый графитовый стаканчик и сплавляют в печи сопротивления в течение 5 с в королек.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Каждый королек помещают в конусное углубление нижнего угольного электрода. Верхним электродом служит угольный стержень, заточенный на усеченный конус.

Спектры стандартных образцов и проб фотографируют в одинаковых условиях.

Условия фотографирования спектров:

ширина щели спектрографа — 0,015 мм; экспозиция — 25—60 с; расстояние между электродами — 1,5—2 мм устанавливают по шаблону.

В качестве источника возбуждения спектров применяют дугу переменного тока силой тока 5—6 А.

Фотографирование спектров проводят в двух областях спектра: при установке шкалы длин волн на 325 и 260 нм. Для каждой области спектра получают по две спектрограммы для каждого стандартного образца и по четыре спектрограммы для каждой пробы. При определении массовых долей меди более 0,012 % и железа более 0,002 % спектры фотографируют через трехступенчатый ослабитель. Фотопластинки проявляют, ополаскивают в воде, фиксируют, промывают в проточной воде и сушат. Длины волн аналитических линий, рекомендуемых для выполнения анализа, приведены в табл. 3.

Таблица 3

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Интервал определяемых массовых долей, %
Золото	267,60	0,0002—0,01
Медь	324,75 249,22	0,0002—0,002 0,001—0,02
Железо	302,06 259,94	0,0001—0,01
Платина	265,94	0,0002—0,01
Палладий	342,12 340,46 324,27	0,0002—0,003 0,0002—0,003 0,0002—0,01
Родий	343,49 339,68	0,0002—0,003
Висмут	306,77 289,80	0,0001—0,002 0,001—0,005
Свинец	283,31 266,32 261,42	0,0002—0,01 0,0002—0,005 0,0002—0,01
Сурьма	287,79 259,81	0,0002—0,005 0,0002—0,002
Цинк	334,50	0,0005—0,005
Кобальт	345,35 340,51	0,0002—0,003
Никель	305,08 227,02	0,0002—0,002
Мышьяк	234,98	0,0002—0,004
Теллур	238,58	0,001—0,01
Марганец	279,83 279,48 259,37	0,0001—0,002
	257,28	0,001—0,005

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. На каждой спектрограмме измеряют почернения аналитической линии определяемого элемента $S_{л+ф}$ (табл. 3) и близлежащего фона $S_ф$ (минимальное почернение рядом с аналитической линией определяемого элемента с любой стороны, но с одной и той же во всех спектрах на одной фотопластинке). Вычисляют разность почернений $\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$. По значениям ΔS_1 и ΔS_2, полученным по двум спектрограммам для каждого стандартного образца, находят среднее арифметическое $\Delta\overline{S}$. От средних значений $\Delta\overline{S}$ для стандартных образцов и ΔS, полученных по четырем спектрограммам для каждой анализируемой пробы, переходят к соответствующим значениям логарифмов относительной интенсивности $\lg \frac{I_л}{I_ф}$, в соответствии с приложением ГОСТ 13637.1.

Градуировочный график строят в координатах: логарифм относительной интенсивности $\lg \frac{I_л}{I_ф}$ — логарифм массовой доли определяемого элемента в стандартном образце $\lg C$. По градуировочному графику и значениям $\lg \frac{I_л}{I_ф}$ находят массовые доли определяемого элемента в процентах (четыре параллельных определения).

При работе в области нормальных почернений допускается строить градуировочный график в координатах $\Delta S - \lg C$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение четырех результатов параллельных определений.

5.2. Расхождения результатов параллельных определений (разность между наибольшим и наименьшим из четырех 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. 4.

Таблица 4

Массовая доля элемента, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	Массовая доля элемента, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
0,00010	0,00008	0,0030	0,0010
0,0003	0,0002	0,0050	0,0015
0,0005	0,0003	0,010	0,003
0,0010	0,0005	0,020	0,006

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

РАЗРАБОТЧИКИ

В.П. Томашевский (руководитель темы); **В.М. Андреев; Г.Г. Пирожникова; Т.А. Кислицина**

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

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13638.1—79

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 83—79	2	ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 195—77	2	ГОСТ 13637.1—93	5
ГОСТ 244—76	2	ГОСТ 14261—77	2
ГОСТ 3773—72	2	ГОСТ 19627—74	2
ГОСТ 4160—74	2	ГОСТ 25664—83	2
ГОСТ 6709—72	2	ГОСТ 28353.0—89	1; 3; 6

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