УДК 622.341.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГРАФИТ

Метод спектрального анализа

Graphite. Method of spectrum analysis

ГОСТ 17818.15—90

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графитсодержащих отходов металлургического и других производств, и устанавливает спектральный метод определения кремния, меди, никеля, свинца, кобальта и мышьяка.

Сущность метода заключается в сжигании пробы графита в смеси с буферным порошком в канале угольного электрода, фотографировании спектра излучения на фотопластинку и количественном определении кремния, меди, никеля, свинца, кобальта и мышьяка по интенсивности их спектральных линий.

Спектральный анализ проводится с применением германия в качестве элемента сравнения.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 17818.0.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии типа ИСП-30 со стандартной трехлинзовой системой освещения щели или аналогичный.

Источник питания дуги постоянного тока 250 В, 25 А, типа УГЭ-4 или аналогичный.

Спектропроектор типа СПП-2 или аналогичный.

Микрофотометр типа ИФО-460 или аналогичный.

Секундомер по ГОСТ 5072.

gost.e-ecolog.ru

Электропечь сопротивления камерная, обеспечивающая нагрев до 1100 °С.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий нагрев до 110 °С.

Лампа инфракрасная.

Ступка агатовая, халцедоновая или яшмовая с внутренним диаметром 60—100 мм.

Фотопластинки для промышленных и научных целей спектрографические, тип I.

Электроды угольные спектральные марки С-2 или С-3, диаметром 6 мм, длиной 60 мм.

Порошок графитовый марки ОСЧ-7—4.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Натрий фтористый, ос. ч.

Германия (IV) оксид для спектрального анализа.

Меди (II) оксид, ос. ч.

Кремния (IV) оксид, ос. ч.

Кобальта (II, III) оксид.

Никеля оксид, ос. ч.

Свинца оксид, ос. ч.

Алюминия оксид.

Железа (III) оксид, ос. ч.

Магния оксид по ГОСТ 4526, ос. ч.

Кальция оксид по ГОСТ 8677.

Мышьяка оксид, ос. ч.

Метол (пара-метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 25664.

Гидрохинон по ГОСТ 19627.

Натрий сернокислый по ГОСТ 195.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Натрий серноватистокислый (гипосульфит) по ГОСТ 244.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. **Подготовка угольных электродов**

Электроды для анализа готовят из угольных стержней. Форма и размеры электродов указаны на чертеже.

3.2. **Подготовка растворов**

3.2.1. Приготовление проявителя

Проявитель готовят из равных объемов растворов I и II, имеющих следующий состав:

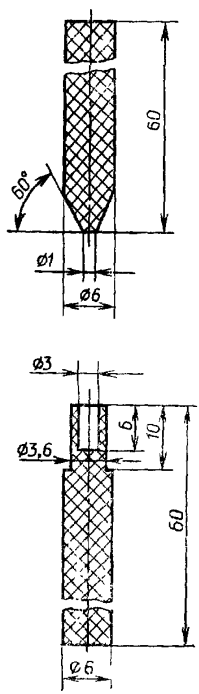
раствор I.

метол — 2 г,

гидрохинон — 10 г,

натрий серноватистокислый безводный — 52 г,

Электроды для спектрального анализа



вода дистиллированная — 1 дм³.

Навески растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если нужно, фильтруют;

раствор II:

натрий углекислый безводный — 16 г,

калий бромистый — 2 г,

вода дистиллированная — 1 дм³.

Навески растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если нужно, фильтруют.

3.2.2. Приготовление фиксажа

Натрий серноватистокислый — 250 г,

аммоний хлористый — 50 г,

вода дистиллированная — 1 дм³.

Навески растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если нужно, фильтруют. Взвешивание фотореактивов производят с погрешностью не более 0,1 г.

3.3. Приготовление буферной смеси

Буферная смесь состоит из 87,9% угольного порошка, 12% фтористого натрия и 0,1% оксида германия (IV). Буферная смесь перемешивается в агатовой ступке в течение 4 ч при добавлении этилового спирта из расчета твердого к жидкому по массе 1 : 2.

Для проверки чистоты буферной смеси фотографируют ее спектр в условиях анализа (см. разд. 4). На спектрограмме должны отсутствовать аналитические линии определяемых элементов.

3.4. Приготовление образцов сравнения

3.4.1. Оксиды определяемых металлов предварительно прокаливают при 1000—1100 °С в течение 8 ч.

3.4.2. Первый образец сравнения готовят перемешиванием в ступке оксидов элементов с графитовым порошком в течение 4 ч при добавлении этилового спирта из расчета твердого к жидкому по массе 1 : 2. Первый образец сравнения должен содержать предполагаемые максимальные массовые доли оксидов элементов, входящих в состав пробы: SiO_2—10%; Fe_2O_3 — 2%; Al_2O_3 — 2%; CuO — 1%; Ni_2O_3 — 1%; PbO — 1%; Co_2O_3 — 1%.

Второй образец сравнения готовят разбавлением первого образца сравнения графитом в десять раз. Массовые доли оксидов

определяемых элементов: SiO_2 — 1,0%; CuO — 0,1%; Ni_2O_3 — 0,1%; PbO — 0,1%; Co_2O_3 — 0,1%.

Третий образец сравнения готовят разбавлением второго образца сравнения графитом в три раза. Массовые доли оксидов определяемых элементов: SiO_2 — 0,3333%; CuO — 0,0333%; Ni_2O_3 — 0,0333%; PbO — 0,0333%; Co_2O_3 — 0,0333%.

Четвертый, пятый, шестой, седьмой и восьмой образцы сравнения готовят разбавлением графитом предыдущего в три раза.

Приготовленные образцы сравнения смешивают с буферной смесью в соотношении 2 : 1 по массе.

3.4.3. Для определения мышьяка образцы сравнения готовят отдельно перемешиванием оксида мышьяка (III) с основой, в качестве которой служит искусственно приготовленная смесь, состоящая из 86% графитового порошка, 10% оксида кремния, 1% оксида алюминия, 1% оксида железа, 1% оксида кальция, 1% оксида магния.

3.4.4. Первый образец сравнения готовят перемешиванием в ступке оксида мышьяка с основой, приготовленной по п. 3.4.3. Первый образец сравнения должен содержать 0,132% оксида мышьяка.

Второй образец сравнения готовят разбавлением первого образца основой в десять раз.

Третий образец сравнения готовят разбавлением второго образца основой в два раза.

Четвертый, пятый, шестой, седьмой образцы сравнения готовят путем разбавления предыдущего образца основой в два раза.

Перемешивают образцы сравнения в течение 4 ч при добавлении этилового спирта из расчета твердого к жидкому по массе 1 : 2.

Приготовленные образцы сравнения разбавляют буферной смесью в соотношении 2 : 1 по массе.

Все операции по взвешиванию и перемешиванию оксида мышьяка выполняют в боксах из органического стекла.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску пробы графита смешивают с буфером в соотношении 2 : 1 (0,2600 г пробы и 0,1300 г буфера). Перемешивание производят в агатовой ступке с добавлением 5—10 $см^3$ этилового спирта в течение 15 мин, а затем подсушивают смесь под инфракрасной лампой или в сушильном шкафу при 105—110 °С в течение 10 мин.

4.2. Смесью графита с буфером, а также каждого образца сравнения с буфером наполняют по три электрода — двадцатикратным погружением их в смеси поступательно-вращательным движением.

4.3. Электрод со смесью графита с буфером укрепляют в нижнем зажиме штатива, а конусообразный электрод — в верхнем зажиме. Расстояние между электродами во время съемки 2,5—3 мм. Сила тока дуги 10 А. Время экспозиции 40 с. На среднем конденсоре устанавливают прямоугольную диафрагму высотой 2 мм. Ширина щели спектрографа 0,015—0,020 мм. Ширина щели спектрографа может быть несколько изменена в соответствии с используемым прибором.

4.4. Каждую смесь графита с буфером и образцы сравнения с буфером сжигают по три раза на одной пластинке.

4.5. Фотопластинку обрабатывают в строго постоянных условиях:

температура проявителя — 20—22 °С;

время проявления — согласно указанному на упаковке фотопластинок;

время закрепления — 10 мин.

Промывают фотопластинку в проточной воде в течение 15 мин, ополаскивают дистиллированной водой и сушат.

4.6. После обработки фотопластинки фотометрируют линии, указанные в табл. 1. Аналитические линии находят по атласу спектральных линий с помощью спектропроектора.

Таблица 1

Длина волны аналитической линии, нм		Массовая доля определяемого элемента в графите
определяемого элемента	элемента сравнения	
Si 251,611	Ge 259,254	От 0,0003 до 0,01
Si 252,851	Ge 259,254	» 0,001 » 0,1
Si 251,921	Ge 259,254	» 0,01 » 1,0
Cu 324,754	Ge 303,906	» 0,0001 » 0,01
Cu 282,437	Ge 270,963	» 0,01 » 1,0
Ni 305,082	Ge 303,906	» 0,0003 » 0,01
Ni 299,259	Ge 303,906	» 0,003 » 0,1
Pb 283,307	Ge 207,963	» 0,0003 » 0,01
Co 242,493	Ge 241,737	» 0,0003 » 0,01
Co 308,678	Ge 303,906	» 0,003 » 0,1
As 234,984	Ge 241,737	» 0,003 » 0,1
As 286,045	Ge 270,963	» 0,03 » 0,1

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Разность почернений (ΔS) линии определяемого элемента и линии сравнения вычисляют по формуле

$$\Delta S = S_{опр} - S_{Ge},$$

где $S_{опр}$ — почернение линии определяемого элемента;

S_{Ge} — почернение линии сравнения (германия).

5.2. Среднюю разность почернений ($\Delta S_{ср}$) трех спектров вычисляют по формуле

$$\Delta S_{ср} = \frac{\Delta S_1 + \Delta S_2 + \Delta S_3}{3},$$

где ΔS_1, ΔS_2, ΔS_3 — разности почернений трех спектров, соответственно.

5.3. Градуировочные графики строят для всех образцов сравнения. Экстраполяция за пределы образцов сравнения не допускается. Градуировочные графики строят в координатах ΔS—lg C, где C — массовая доля оксида определяемого элемента в образцах сравнения, %.

5.4. Массовые доли оксидов определяемых элементов в процентах определяют по градуировочным графикам.

5.5. Массовые доли определяемых элементов ($X_{эл}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{эл} = \frac{C \cdot n \cdot A_{эл}}{M_{ок}},$$

где C — массовая доля оксида определяемого элемента, найденная по градуировочному графику, %;

n — количество атомов определяемого элемента в молекуле оксида;

$A_{эл}$ — атомная масса определяемого элемента;

$M_{ок}$ — молекулярная масса оксида определяемого элемента.

5.6. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля определяемого элемента, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,0003 до 0,001 включ.	0,0002
» 0,001 » 0,01 »	0,001
» 0,01 » 0,1 »	0,007
» 0,1 » 0,5 »	0,05
» 0,5 » 1,0 »	0,07

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Концерном «Союзминерал»

РАЗРАБОТЧИКИ

И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы), **Н. М. Метальникова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 685

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 17818.15—75**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 83—79	2
ГОСТ 195—77	2
ГОСТ 244—76	2
ГОСТ 3773—72	2
ГОСТ 4160—74	2
ГОСТ 4526—75	2
ГОСТ 5072—79	2
ГОСТ 8677—76	2
ГОСТ 17818.0—90	1
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 19627—74	2
ГОСТ 25664—83	2

gost.e-ecolog.ru