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	$5\ 10^{-2}$ $1\ 10^{-1}$ $5\ 10^{-1}$ $8\ 10^{-1}$	$1\ 10^{-2}$ $0{,}2\ 10^{-1}$ $1\ 10^{-1}$ $0{,}2\ 10^{-1}$	$2\ 10^{-2}$ $0{,}3\ 10^{-1}$ $2\ 10^{-1}$ $0{,}3\ 10^{-1}$
Серебро	2,0 3,0	0,4 0,6	0,6 0,9
Медь	$1\ 10^{-3}$ $1\ 10^{-2}$ $1\ 10^{-1}$ $2\ 10^{-1}$	$0{,}3\ 10^{-3}$ $0{,}3\ 10^{-2}$ $0{,}3\ 10^{-1}$ $0{,}6\ 10^{-1}$	$0{,}4\ 10^{-3}$ $0{,}4\ 10^{-2}$ $0{,}4\ 10^{-1}$ $0{,}8\ 10^{-1}$

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	$5\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-4}$
	$1\ 10^{-3}$	$0{,}3\ 10^{-3}$	$0{,}4\ 10^{-3}$
	$5\ 10^{-3}$	$2\ 10^{-3}$	$2\ 10^{-3}$
	$1\ 10^{-2}$	$0{,}3\ 10^{-2}$	$0{,}4\ 10^{-2}$
	$2\ 10^{-2}$	$0{,}6\ 10^{-2}$	$0{,}8\ 10^{-2}$
Сурьма	$5\ 10^{-3}$	$2\ 10^{-3}$	$2\ 10^{-3}$
Цинк	$1\ 10^{-2}$	$0{,}3\ 10^{-2}$	$0{,}4\ 10^{-2}$
	$2\ 10^{-2}$	$0{,}6\ 10^{-2}$	$0{,}8\ 10^{-2}$
Мышьяк	$1\ 10^{-5}$	$0{,}4\ 10^{-5}$	$0{,}6\ 10^{-5}$

Продолжение табл 3а

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

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

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

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

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, 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 » $3\ 10^{-6}$ » $1{\cdot}10^{-3}$;
кадмий » $1\ 10^{-5}$ » $1\ 10^{-3}$;

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	$3\ 10^{-6}$	$1\ 10^{-6}$	$2\ 10^{-6}$
Медь	$1\ 10^{-5}$	$0{,}4\ 10^{-5}$	$0{,}6\ 10^{-5}$
	$3\ 10^{-5}$	$1\ 10^{-5}$	$2\ 10^{-5}$
	$1\ 10^{-4}$	$0{,}4\ 10^{-4}$	$0{,}6\ 10^{-4}$
	$3\ 10^{-4}$	$1\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-4}$
Свинец	$3\ 10^{-3}$	$1\ 10^{-3}$	$2\ 10^{-3}$
	$1\ 10^{-2}$	$0{,}4\ 10^{-2}$	$0{,}6\ 10^{-2}$
	$2\ 10^{-2}$	$0{,}8\ 10^{-2}$	$1\ 10^{-2}$
Кобальт	$1\ 10^{-4}$	$0{,}4\ 10^{-4}$	$0{,}6\ 10^{-4}$
	$5\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-4}$	$3\ 10^{-4}$
	$1\ 10^{-3}$	$0{,}4\ 10^{-3}$	$0{,}6\ 10^{-3}$
	$5\ 10^{-3}$	$2\ 10^{-3}$	$3\ 10^{-3}$
	$1\ 10^{-2}$	$0{,}4\ 10^{-2}$	$0{,}6\ 10^{-2}$
Марганец	$1\ 10^{-5}$	$0{,}4\ 10^{-5}$	$0{,}6\ 10^{-5}$
	$2\ 10^{-5}$	$1\ 10^{-5}$	$2\ 10^{-5}$
	$1\ 10^{-4}$	$0{,}4\ 10^{-4}$	$0{,}6\ 10^{-4}$
	$3\ 10^{-4}$	$1\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-4}$

Продолжение табл 5а

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

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 феврале 1983 г., июне 1987 г., июле 1992 г. (ИУС 5—83, 11—87, 10—92)

gost.e-ecolog.ru