УДК 669.76:546.87.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВИСМУТ

Метод химико-спектрального анализа

ГОСТ 16274.1—77

Bismuth.
Spectrochemical analysis

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—01—01

Настоящий стандарт распространяется на висмут марок Ви00, Ви000, Ви0000 и устанавливает химико-спектральный метод определения содержания свинца, цинка, железа, сурьмы, меди, серебра, мышьяка, кобальта, кадмия, марганца, молибдена, никеля, олова, хрома и индия.

Химический концентрат примесей для определения молибдена и мышьяка (от $5 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %), олова (от $1 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %) и сурьмы (от $3 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %) получают путем отделения основной массы висмута в виде йодида висмута.

Химический концентрат примесей для определения железа, свинца и цинка (от $5 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %), кадмия, марганца, меди, никеля и серебра (от $3 \cdot 10^{-7}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %), индия, кобальта и хрома (от $1 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %) получают путем отделения основной массы висмута в виде основного нитрата висмута.

Химический концентрат примесей для определения железа, индия, кобальта, меди, марганца, никеля, свинца, хрома, цинка, олова и сурьмы (от $1 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %) получают пирометаллургическим шлакованием, основанным на извлечении примесей в шлак при обработке расплавленного металла смесью газообразных реагентов: воздуха, водяного пара, аргона и паров соляной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрограф кварцевый типа ИСП-30 (комплектная установка).

Генератор дуги переменного тока типа ИВС-28.

Источник постоянного тока для питания дуги, обеспечивающий напряжения 200—400 В и силу тока до 15 А.

Микрофотометр, предназначенный для измерения почернений спектральных линий.

Электроды угольные ОСЧ 7—4 с кратером глубиной и диаметром 4 мм и с толщиной стенок 0,5 мм, предварительно обожженные в дуге постоянного тока силой 12 А в течение 15 с.

Станок для заточки электродов.

Фотопластинки спектрографические размером 9×12 см типов I, II и УФШ.

Колпаки стеклянные для хранения очищенных и загруженных электродов.

Пинцеты и колодки для электродов из органического стекла.

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463.

Плитка электрическая нагревательная бытовая по ГОСТ 14919 с закрытой спиралью.

Колбы кварцевые конические по ГОСТ 19908 вместимостью 600—800 $см^3$.

Стаканы кварцевые по ГОСТ 19908 вместимостью 300—350, 600—800 $см^3$.

Тигли кварцевые по ГОСТ 19908.

Палочки и пестики кварцевые.

Бюретки стеклянные по НТД вместимостью 50 $см^3$, заполняются перед применением.

Аппарат перегонный кварцевый.

Мешалка магнитная с подогревом.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125, перегнанная в кварцевом аппарате, не содержащая окислов азота (окислы азота удаляют кипячением перед работой) и разбавленная 1:1, 1:2, 1:100, и растворы 1, 2 и 6 моль/$дм^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дважды перегнанная в кварцевом перегонном аппарате или деминерализованная на катио-

ните КУ-2 и аниоките ЭДЭ-10П со скоростью 50—60 $дм^3$/ч (высота колонок 500—600 мм, диаметр 85 мм, удельное сопротивление воды не менее $11 \cdot 10^{-6}$ Ом/см).

Кислота йодистоводородная по ГОСТ 4200, х.ч., не содержащая свободного йода и мышьяка. Кислоту очищают следующим образом: в течение 7—10 сут настаивают кислоту с небольшим количеством порошка красного фосфора до ее осветления. Непосредственно перед работой осветленную кислоту очищают от мышьяка экстракцией бензолом. Для этого 50—60 $см^3$ кислоты экстрагируют 1 мин тремя порциями бензола по 10,0 $см^3$ каждая. Затем кислоту перегоняют в дистилляционном приборе, собирают фракцию при 124—127 °С (берут среднюю порцию 78—80 % всего количества, а первую и последнюю порции отбрасывают).

Концентрацию йодистоводородной кислоты устанавливают титрованием раствором гидроокиси натрия 1 моль/$дм^3$ с индикатором фенолфталеином.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 1 моль/$дм^3$.
Фосфор красный технический по ГОСТ 8655.
Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360.
Аммиак водный по ГОСТ 24147, раствор 1 моль/$дм^3$.
Кислота соляная по ГОСТ 14261.
Сурьма марки Су000 по ГОСТ 1089.
Марганец азотнокислый по ТУ 6—09—4011.
Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.
Ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973.
Кислота винная по ГОСТ 5817.
Бензол по ГОСТ 5955.
Дитизон по НТД.
Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.
Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.
Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.
Марганец по ГОСТ 6008.
Индий по ГОСТ 10297.
Теллур по ТУ 6—04—65.
Свинец по ГОСТ 22861.
Цинк по ГОСТ 3640.
Железо, восстановленное водородом.
Медь по ГОСТ 859.

Кобальт по ГОСТ 123.

Никель по ГОСТ 492.

Золото по ГОСТ 6835.

Стандартные растворы для приготовления образцов сравнения и состав образцов сравнения приведены в приложении.

Установка для концентрирования примесей методом «пирометаллургического шлакования», состоящая из четырех блоков:

Блок 1 — блок регулирования подачи газов; состоит из двух реометров, заполненных водой и отрегулированных на скорость подачи воздуха и аргона, и емкости для смешивания газов.

Блок 2 — блок парообразования; состоит из трех сосудов, изготовленных из кварцевого стекла, и двух нагревателей (электроплитка и печь). Сосуд для образования водяного пара вместимостью 1000—1500 $см^3$ имеет шлиф с трубками для подвода и выхода газов. Сосуд для частичной конденсации избыточного пара вместимостью 100—200 $см^3$ имеет шлиф с двумя отверстиями для входа и выхода газовой смеси. Сосуд-дозатор соляной кислоты вместимостью 20—25 $см^3$ с притертой пробкой для заливки кислоты и двумя отводами для входа и выхода газовой смеси.

Блок 3 — блок реакционного сосуда с приемниками конденсата. Состоит из реакционного сосуда, нагревательной печи, приемников конденсата, которые снабжены холодильниками с проточной водой.

Блок 4 — блок управления; состоит из системы вентилей, микрокомпрессора типа МК-1, двух милливольтметров типа М 4213, двух амперметров типа Э 421, трех автотрансформаторов типа ПНО-250—2.

Штативы, держатели, подставки.

Аргон в баллонах.

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

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

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление образцов сравнения приведено в приложении.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2. Концентрирование примесей олова, мышьяка, молибдена, сурьмы отделением основной массы висмута в виде йодида.

Для анализа берут две навески висмута по 20 г и помещают в кварцевые конические колбы вместимостью 600—800 $см^3$, добавляют по 100 $см^3$ раствора азотной кислоты 6 моль/$дм^3$ и растворяют при нагревании.

После полного растворения металла полученные растворы нитрата висмута кипятят в течение нескольких минут для удаления свободных окислов азота, которые мешают при осаждении йодида висмута.

Охлажденные растворы разбавляют до 300 $см^3$ азотной кислотой, разбавленной 1:100, не содержащей свободных окислов азота, и приливают рассчитанное стехиометрическое количество раствора свежеприготовленной йодистоводородной кислоты 6—8 моль/$дм^3$ и 0,2—0,5 $см^3$ ее в избыток для полноты осаждения висмута.

При осаждении йодида висмута необходимо стенки колб обмывать водой, подкисленной азотной кислотой (3 капли на 100 $см^3$), после каждой добавленной порции (2—3 $см^3$) йодистоводородной кислоты. Общее количество воды, используемой для обмывания стенок колб, 60—70 $см^3$.

Прекращение выпадения черного осадка при добавлении очередной капли йодистоводородной кислоты указывает на полноту осаждения висмута. Добавление йодистоводородной кислоты в избыток больше чем 1 $см^3$ нежелательно, так как осадок йодида висмута растворяется в избытке йодистоводородной кислоты с образованием растворимого комплекса.

Объем растворов в колбах доводят водой до 500 $см^3$, перемешивают и оставляют в темном месте на 3 ч. Затем осторожно, не затрагивая осадка, растворы из колб сливают в кварцевые стаканы, на которых нанесены отметки объема, и измеряют их объемы (480 $см^3$). Растворы выпаривают в предварительно прокаленных и взвешенных кварцевых чашках. Сухие остатки нитрата висмута взвешивают и пересчитывают на спектрально-чистый оксид висмута, умножая на коэффициент пересчета, равный 0,6. Обогащение ведут из двух параллельных навесок.

Для спектрального анализа необходимо получить 130—150 мг спектрально-чистого оксида висмута. Если остаток меньше этой величины, то его корректируют очищенным спектрально-чистым оксидом висмута или осадком из колбы следующим образом: к сухому остатку приливают 2—3 $см^3$ азотной кислоты, добавляют нужное количество спектрально-чистого оксида висмута, перемешивают, вы-

паривают и осторожно высушивают. Полученные концентраты прокаливают при температуре 500—550 °С в течение 30 мин. Прокаленные концентраты взвешивают и растирают кварцевым пестиком в тех же чашках. Затем добавляют навески спектрально-чистого графита порошкового, взятого в соотношении с спектрально-чистой окисью висмута 5:1 (по массе). Смеси тщательно перемешивают и передают на спектральный анализ.

Коэффициент обогащения примесей (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{m \cdot 0{,}96}{m_1 \cdot 0{,}897},$$

где m — масса навески пробы висмута, взятого для анализа, г;

0,96 — коэффициент пересчета массы навески висмута, взятого для анализа, с учетом 20 см^3 раствора, оставшегося внутри осадка йодида висмута (500 см^3 — 480 см^3 = 20 см^3);

m_1 — масса навески полученного концентрата, г;

0,897 — коэффициент пересчета оксида висмута на висмут.

Одновременно готовят контрольную пробу. В кварцевую чашку вместимостью 300—350 см^3 добавляют (при равномерном выпаривании) все реактивы в количествах, добавленных в пробы. Раствор выпаривают до малого объема, добавляют 140 мг спектрального оксида висмута, высушивают и прокаливают при 500—550 °С в течение 30 мин. Прокаленную смесь висмута смешивают со спектрально-чистым графитом порошковым в тех же пропорциях и таким же способом, как и пробу.

Для количественного учета контрольной пробы вычисляют коэффициент обогащения (K) по формуле

$$K = \frac{m_x}{m \cdot 0{,}897},$$

где m_x — количество висмута, взятое для обогащения, г;

m — количество спектрально-чистого оксида висмута, введенное в контрольную пробу, г;

0,897 — коэффициент пересчета спектрально-чистого оксида висмута на висмут.

Примечания:

1. Перед осаждением висмута в виде йодида испытуемый раствор должен быть совершенно прозрачным и не должен содержать свободных окислов азота. При появлении мути основного нитрата висмута необходимо добавить 0,5—1 см^3 концентрированной азотной кислоты.

2. **(Исключен, Изм. № 2).**

3. Выдерживать осадок йодида висмута в течение 4—5 ч необходимо для рекристаллизации осадка. Оставлять осадок на следующий день не рекомендуется из-за возможного окисления.

4—6. **(Исключены, Изм. № 2).**

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

3.3. Концентрирование примесей меди, серебра, свинца, никеля, марганца, кадмия, цинка, хрома, кобальта, индия и железа. Отделение основной массы висмута в виде основного нитрата.

Навеску пробы висмута 10 г помещают в кварцевую колбу вместимостью 500 $см^3$, приливают 45 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:2, растворяют при слабом нагревании, выпаривают до сиропообразного состояния и приливают 100 $см^3$ горячей воды. При этом выпадает белый осадок. Осаждение основного нитрата производят в растворе аммиака 1,2 моль/$дм^3$. Для этого колбу с раствором устанавливают на магнитную мешалку, включают подогрев, приливают из бюретки по каплям аммиак и осаждают основной нитрат при хорошем перемешивании. При pH 2—3 осаждение прекращают.

Осадок должен быть кристаллическим и легко оседать. Раствор с осадком отстаивают в течение 25—30 мин, затем раствор сливают во взвешенную выпаривательную чашку, а осадок промывают водой, подкисленной азотной кислотой до pH 2—3. После отстаивания в течение 20—25 мин сливают промывной раствор в ту же чашку. Раствор осторожно выпаривают при слабом нагревании до объема 10—20 $см^3$, чашку закрывают часовым стеклом и выпаривают раствор досуха. Часовое стекло снимают с чашки, с помощью кварцевой лопатки соскабливают с него в чашку основную массу сконденсированных солей. Стекло и стенки чашки обмывают 3—4 $см^3$ азотной кислоты и снова выпаривают досуха. Остаток прокаливают на горячей электроплитке, а затем в муфеле при температуре 500—550 °С в течение 45 мин и взвешивают.

Через все стадии анализа проводят контрольный опыт. В качестве основы для него используют оксид висмута в количестве 100 мг.

Коэффициент обогащения примесей (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{m_1}{m \cdot 0{,}897},$$

где m_1 —масса навески пробы висмута, взятой для анализа, г;

0,897 —коэффициент пересчета спектрально-чистой окиси висмута на висмут.

Концентраты анализируемой и контрольной проб смешивают с порошковым графитом в соотношении 5:1 (по массе) и передают на спектральный анализ.

Обогащение ведут из четырех параллельных навесок.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3а Концентрирование примесей железа, индия, кобальта, меди, марганца, никеля, свинца, хрома, цинка, сурьмы и олова методом пирометаллургического шлакования. Пробу висмута массой 100 г помещают в реакционный сосуд. Парообразователь и сосуд для смешивания газов заполняют водой. В сосуд-дозатор наливают 3—5 $см^3$ соляной кислоты. К реакционному сосуду присоединяют приемники конденсата примесей, в которые налито по 20 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1. Соединяют между собой все блоки. Установку в течение 10—15 мин продувают аргоном со скоростью 10—20 $см^3$ в мин. Воду в парообразователе нагревают до кипения и включают в печь, нагревающую реакционный сосуд. Подключают компрессор и подают воздух со скоростью 2 $см^3$/мин. Подачу аргона и воздуха строго регулируют реометром. Обработку расплавленного металла газовой смесью (аргон, водяной пар, воздух) проводят при температуре (430±10) °С в течение 90—100 мин. Затем температуру печи снижают до (300±10) °С, подключают печь для подогрева соляной кислоты и обрабатывают расплав металла газовой смесью еще 90—100 мин. Компрессор отключают, отсоединяют приемники конденсата примесей и дозатор от реакционного сосуда и прекращают подачу аргона. Реакционный сосуд с пробой вынимают из печи, открывают крышку и приливают 5—6 $см^3$ глицерина. Для лучшей сепарации шлаков с поверхности металла сосуд осторожно встряхивают. Затем сосуд устанавливают под углом для затвердевания металла в виде длинной палочки. После полного затвердевания металл и сосуд обмывают 10 $см^3$ горячей воды, которую затем вместе с глицерином сливают в стакан для выпаривания. Отмывку шлака от металла и сосуда повторяют горячей водой из промывалки и конденсатами 1 и 2. Все промывные растворы сливают в тот же стакан. Раствор выпаривают на электроплитке до объема 20—25 $см^3$, переносят количественно во взвешенную кварцевую чашку и выпаривают досуха. Осадок и чашку обрабатывают двумя порциями по 7—10 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1 до осветления осадка, раствор выпаривают досуха, прокаливают на электроплитке и в муфельной печи при температуре (530±20) °С в течение 15 мин.

Полученный концентрат примесей взвешивают и вычисляют коэффициент обогащения (K) по формуле

$$K = \frac{m}{m_1 \cdot 0{,}897},$$

где m — масса навески висмута, взятого для анализа, г;

m_1 — масса навески концентрата, г;

0,897 — коэффициент пересчета оксида висмута на висмут.

Обогащение ведут из двух параллельных навесок.

Проводят контрольный опыт для внесения в результат анализа поправки, учитывающей чистоту используемых реактивов и условий анализа. Для этого в реакционный сосуд вместо 100 г висмута загружают 1,0 г оксида висмута, используемого для приготовления образцов сравнения, проводят все операции, как описано выше, используя те же реактивы.

Коэффициент обогащения контрольного опыта (K) рассчитывают по формуле

$$K = \frac{m}{1{,}0 \cdot 0{,}897},$$

где m — масса навески висмута, взятого для анализа, г;

1,0 — масса навески оксида висмута, взятого для контрольного опыта, г.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Угольные электроды предварительно обжигают в дуге постоянного тока силой 12 А в течение 15 с. Образцы сравнения, концентраты анализируемой и контрольной проб загружают в кратер угольного электрода. От каждого концентрата пробы и контрольного опыта готовят по два электрода. Съемку спектров производят на спектрографе типа ИСП-30 при следующих условиях: ширина щели 0,010 мм, освещение щели трехлинзовое. Пробы сжигают в дуге постоянного тока до полного выгорания силой 12—13 А.

Для получения оптимальных почернений аналитических линий фотографирование проводят одновременно на пластинки трех типов: типа I (для области 440,0—390,0 нм), типа II (для области 390,0—270,0 нм) и УФШ-3 (для области 270,0—210,0 нм).

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

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Обработку результатов производят по ГОСТ 16274.8.

Полученные по градуировочному графику результаты делят на коэффициент обогащения пробы.

Используемые аналитические линии определяемых элементов указаны в табл. 2.

Таблица 2*

Определяемый элемент	Аналитические линии, нм
Серебро	328,0
Медь	324,7
Кадмий	228,8
Железо	271,9
Свинец	283,3
Молибден	317,0
Олово	317,5
Хром	427,4
Марганец	279,4
Кобальт	341,2
Никель	341,5
Индий	325,6
Мышьяк	234,9
Сурьма	259,8
Цинк	213,6
	334,5

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

Таблица 3

Наименование элемента	Массовая доля элемента, %	Расхождение результатов двух параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
1. При отделении йодида висмута			
Молибден	$5\ 10^{-6}$ $1\ 10^{-5}$ $5\ 10^{-5}$ $1\ 10^{-4}$	$3\ 10^{-6}$ $0{,}6\ 10^{-5}$ $3\ 10^{-5}$ $0{,}6\ 10^{-4}$	$4\ 10^{-6}$ $0{,}8\ 10^{-5}$ $4\ 10^{-5}$ $0{,}8\ 10^{-4}$

*Табл. 1 исключена.

Продолжение табл 3

Наименование элемента	Массовая доля элемента, %	Расхождение результатов двух параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
Олово	$1\ 10^{-6}$ $1\ 10^{-5}$ $1\ 10^{-4}$	$0{,}6\ 10^{-6}$ $0{,}6\ 10^{-5}$ $0{,}6\ 10^{-4}$	$0{,}8\ 10^{-6}$ $0{,}8\ 10^{-5}$ $0{,}8\ 10^{-4}$
Сурьма	$3\ 10^{-6}$ $1\ 10^{-5}$ $1\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-6}$ $0{,}6\ 10^{-5}$ $0{,}6\ 10^{-4}$	$2{,}4\ 10^{-6}$ $0{,}8\ 10^{-5}$ $0{,}8\ 10^{-4}$
2. При отделении основного нитрата висмута			
Никель	$3\ 10^{-7}$ $1\ 10^{-6}$ $1\ 10^{-5}$	$0{,}9\ 10^{-7}$ $0{,}3\ 10^{-6}$ $0{,}3\ 10^{-5}$	$1\ 10^{-7}$ $0{,}4\ 10^{-6}$ $0{,}4\ 10^{-5}$
Кобальт	$1\ 10^{-6}$ $5\ 10^{-6}$ $1\ 10^{-5}$ $5\ 10^{-5}$ $1\ 10^{-4}$	$0{,}3\ 10^{-6}$ $2\ 10^{-6}$ $0{,}3\ 10^{-5}$ $2\ 10^{-5}$ $0{,}3\ 10^{-4}$	$0{,}4\ 10^{-5}$ $2\ 10^{-6}$ $0{,}4\ 10^{-5}$ $2\ 10^{-5}$ $0{,}4\ 10^{-4}$
Индий	$1\ 10^{-6}$ $5\ 10^{-6}$ $1\ 10^{-5}$ $5\ 10^{-5}$	$0{,}5\ 10^{-6}$ $3\ 10^{-6}$ $0{,}5\ 10^{-5}$ $3\ 10^{-5}$	$0{,}6\ 10^{-6}$ $3\ 10^{-6}$ $0{,}6\ 10^{-5}$ $3\ 10^{-5}$
Марганец	$3\ 10^{-7}$ $1\ 10^{-6}$ $1\ 10^{-5}$ $1\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-7}$ $0{,}5\ 10^{-6}$ $0{,}5\ 10^{-5}$ $0{,}5\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-7}$ $0{,}6\ 10^{-6}$ $0{,}6\ 10^{-5}$ $0{,}6\ 10^{-4}$
Свинец, цинк	$5\ 10^{-6}$ $1\ 10^{-5}$ $5\ 10^{-5}$ $1\ 10^{-4}$	$3\ 10^{-6}$ $0{,}5\ 10^{-5}$ $3\ 10^{-5}$ $0{,}5\ 10^{-4}$	$3\ 10^{-6}$ $0{,}6\ 10^{-5}$ $3\ 10^{-5}$ $0{,}6\ 10^{-4}$
Серебро	$3\ 10^{-7}$ $1\ 10^{-6}$ $1\ 10^{-5}$ $1\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-7}$ $0{,}5\ 10^{-6}$ $0{,}5\ 10^{-5}$ $0{,}5\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-7}$ $0{,}6\ 10^{-6}$ $0{,}6\ 10^{-5}$ $0{,}6\ 10^{-4}$
Кадмий, медь	$3\ 10^{-7}$ $1\ 10^{-6}$ $1\ 10^{-5}$ $1\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-7}$ $0{,}6\ 10^{-6}$ $0{,}6\ 10^{-5}$ $0{,}6\ 10^{-4}$	$3\ 10^{-7}$ $0{,}8\ 10^{-6}$ $0{,}8\ 10^{-5}$ $0{,}8\ 10^{-4}$

Продолжение табл 3

Наименование элемента	Массовая доля элемента, %	Расхождение результатов двух параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
Железо	$5\ 10^{-6}$ $1\ 10^{-5}$ $5\ 10^{-5}$ $1\ 10^{-4}$	$3\ 10^{-6}$ $0{,}6\ 10^{-5}$ $3\ 10^{-5}$ $0{,}6\ 10^{-4}$	$4\ 10^{-6}$ $0{,}8\ 10^{-5}$ $4\ 10^{-5}$ $0{,}8\ 10^{-4}$
Хром	$1\ 10^{-6}$ $1\ 10^{-5}$ $1\ 10^{-4}$	$0{,}6\ 10^{-6}$ $0{,}6\ 10^{-5}$ $0{,}6\ 10^{-4}$	0,8 10—6 $0{,}8\ 10^{-5}$ $0{,}8\ 10^{-4}$
3. При пирометаллургическом шлаковании			
Железо, кобальт, марганец, свинец, цинк	$1\ 10^{-6}$ $1\ 10^{-5}$ $1\ 10^{-4}$	$0{,}3\ 10^{-6}$ $0{,}3\ 10^{-5}$ $0{,}3\ 10^{-4}$	$0{,}5\ 10^{-6}$ $0{,}5\ 10^{-5}$ $0{,}5\ 10^{-4}$
Медь, никель, олово, сурьма, хром	$1\ 10^{-6}$ $1\ 10^{-5}$ $1\ 10^{-4}$	$0{,}4\ 10^{-6}$ $0{,}4\ 10^{-5}$ $0{,}4\ 10^{-4}$	$0{,}6\ 10^{-6}$ $0{,}6\ 10^{-5}$ $0{,}6\ 10^{-4}$
Индий	$1\ 10^{-6}$ $1\ 10^{-5}$ $1\ 10^{-4}$	$0{,}5\ 10^{-6}$ $0{,}5\ 10^{-5}$ $0{,}5\ 10^{-4}$	$0{,}6\ 10^{-6}$ $0{,}6\ 10^{-5}$ $0{,}6\ 10^{-4}$

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

1. При отделении йодида висмута

$$\left.\begin{aligned} d &= 0{,}6\overline{\overline{C}} \\ D &= 0{,}8\overline{\overline{C}} \end{aligned}\right\} \quad n=2$$

2. При отделении основного нитрата висмута:

$$\left.\begin{aligned} d &= 0{,}3\overline{\overline{C}} \\ D &= 0{,}4\overline{\overline{C}} \end{aligned}\right\} \quad n=2 \text{ при определении никеля и кобальта;}$$

$$\left.\begin{aligned} d &= 0{,}5\overline{\overline{C}} \\ D &= 0{,}6\overline{\overline{C}} \end{aligned}\right\} \quad n=2 \text{ при определении индия, марганца, свинца, серебра и цинка;}$$

$$\left.\begin{aligned} d &= 0{,}6\overline{\overline{C}} \\ D &= 0{,}8\overline{\overline{C}} \end{aligned}\right\} \quad n=2 \text{ при определении железа, кадмия, меди и хрома.}$$

3. При пирометаллургическом шлаковании:

$d = 0{,}3\overline{C}$
$D = 0{,}5\overline{\overline{C}}$
} n=2 при определении железа, кобальта, марганца, свинца и цинка;

$d = 0{,}4\overline{C}$
$D = 0{,}6\overline{\overline{C}}$
} n=2 при определении меди, никеля, олова, сурьмы и хрома;

$d = 0{,}5\overline{C}$
$D = 0{,}6\overline{\overline{C}}$
} n=2 при определении индия,

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 двум спектрограммам каждое, полученных на одной фотопластинке.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРОВ И ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ПОСТРОЕНИЯ ГРАДУИРОВОЧНЫХ ГРАФИКОВ

1. Стандартные растворы

Для приготовления стандартных растворов используют металлы, содержащие основного вещества не менее 99,99 %, или соли металлов квалификации ос.ч. или х.ч.

Стандартные растворы железа

Раствор А: 0,5000 г железа, восстановленного водородом, переносят в стакан вместимостью 50—100 $см^3$ и растворяют при слабом нагревании в 20 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1. После полного растворения железа раствор доводят до кипения для удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 5 мг железа.

Раствор Б: 20 $см^3$ раствора железа А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 1 мг железа.

Стандартные растворы индия, кадмия, кобальта, марганца, меди, никеля, серебра, свинца, теллура и цинка готовят так же, как и раствор железа.

1 $см^3$ каждого из этих растворов А содержит по 5 мг металла.

20 $см^3$ каждого из растворов А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают.

1 $см^3$ каждого из растворов Б содержит по 1 мг металла.

Стандартный раствор молибдена

0,2251 г молибденовокислого аммония $(NH_4)_2\,MoO_4$ переносят в стакан вместимостью 50—100 $см^3$ и растворяют в 10 $см^3$ воды, доводят до метки водой, перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг молибдена.

Стандартный раствор олова

0,1000 г мелко нарезанного металлического олова переносят в стакан вместимостью 50—100 $см^3$, добавляют 4 г щавелевой кислоты и 2—3 $см^3$ азотной кислоты. Растворение идет на холоду, потом при небольшом подогреве. После полного растворения добавляют 10 $см^3$ воды и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг олова.

Стандартные растворы сурьмы

0,5000 г мелко измельченной сурьмы переносят в стакан вместимостью 50—100 $см^3$ и добавляют 20 $см^3$ азотной кислоты. Стакан нагревают до полного перехода всей сурьмы в метасурьмяную кислоту. Не прекращая

нагревания, добавляют 30 $см^3$ воды и 15 г винной кислоты Полученный прозрачный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают

1 $см^3$ раствора А содержит 5 мг сурьмы

20 $см^3$ раствора сурьмы А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают

1 $см^3$ раствора Б содержит 1 мг сурьмы

Стандартный раствор хрома

0,2923 г хромовокислого аммония $(NH_4)_2 Cr_2O_4$ переносят в стакан вместимостью 50—100 $см^3$ и растворяют в 10—15 $см^3$ воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг хрома

Стандартный раствор мышьяка

0,1320 г мышьяковистого ангидрида As_2O_3 переносят в стакан вместимостью 50—100 $см^3$ и растворяют в 15—20 $см^3$ воды с добавлением нескольких капель аммиака при слабом нагревании Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг мышьяка

Стандартный раствор золота

0,1000 г металлического золота переносят в стакан вместимостью 50—100 $см^3$ и растворяют в 10 $см^3$ смеси азотной и соляной кислот 1 3 Раствор выпаривают почти досуха, приливают 1—2 $см^3$ соляной кислоты и снова выпаривают на водяной бане почти досуха Добавляют 15—20 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1 1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг золота Хранят раствор в темном месте

2. Образцы сравнения

Основой для приготовления образцов сравнения служит оксид висмута, полученный из висмута марок Ви0000 или Ви000 следующим образом мелко измельченный висмут растворяют в растворе азотной кислоты 1 1 Полученный раствор нитрата висмута выпаривают до сиропообразного состояния и переливают небольшими порциями (по 5—10 $см^3$) при тщательном перемешивании в коническую колбу вместимостью 1 $дм^3$, содержащую 600—700 $см^3$ кипящей воды При этом выпадает осадок основного нитрата висмута Для лучшей кристаллизации содержимое колбы вновь доводят до кипения и оставляют на 2—3 ч Раствор сливают Осадок промывают водой, подкисленной азотной кислотой, и переносят в кварцевую чашку Высушивают и прокаливают в муфельной печи при температуре 500—550 °С Полученный оксид висмута хранят в закрытой банке

Образец сравнения № 1 в кварцевую чашку вместимостью 100 $см^3$ помещают 11,1482 г оксида висмута и добавляют стандартные растворы определяемых примесей, кроме стандартного раствора мышьяка, в количествах, указанных в табл 1

Таблица 1

Определяемый элемент	Количество стандартного раствора (1 мг/см^3), требуемое для изготовления образца сравнения № 1, см^3	Массовая доля элемента в образце сравнения № 1, %, в расчете на металлический висмут
Индий, кадмий, кобальт, марганец, медь, никель, олово, серебро, хром	0,3	$3\ 10^{-3}$
Молибден, сурьма	1,0	$1\ 10^{-2}$
Железо, свинец, цинк	3,0	$3\ 10^{-2}$

Растворы примесей вводятся постепенно, после высушивания предыдущей порции Смесь выпаривают под лампой, высушивают на электроплитке, прокаливают в муфельной печи при температуре 500—550 °С в течение 30—40 мин, тщательно перетирают в ступке из оргстекла.

Образец сравнения № 1 М для определения мышьяка готовят следующим образом. в кварцевую чашку вместимостью 100 см^3 помещают 11,1482 г оксида висмута и добавляют 10 см^3 стандартного раствора мышьяка. Смесь высушивают и перетирают в ступке. Массовая доля мышьяка в образце № 1 М составляет 0,1 % в расчете на висмут металлический.

Методом последовательного разбавления образцов сравнения №№ 1 и 1 М и каждого из последующих основой в 2—3 раза получают две серии рабочих образцов сравнения с массовой долей примесей, указанной в табл. 2.

Таблица 2

Определяемый элемент	Массовая доля примесей в образцах сравнения в %, в расчете на висмут металлический				
	№ 2 и № 2 М	№ 3 и № 3 М	№ 4 и № 4 М	№ 5 и № 5 М	№ 6 и № 6 М
Индий, кадмий, кобальт, марганец, медь, никель, олово, серебро и хром	$1\ 10^{-3}$	$3\ 10^{-4}$	$1\ 10^{-4}$	$5\ 10^{-5}$	$2{,}5\ 10^{-5}$
Молибден, сурьма	$3\ 10^{-3}$	$1\ 10^{-3}$	$3\ 10^{-4}$	$1{,}5\ 10^{-4}$	$7{,}5 \cdot 10^{-5}$
Железо, свинец, цинк	$1\ 10^{-2}$	$3\ 10^{-3}$	$1\ 10^{-3}$	$5\ 10^{-4}$	$2{,}5\ 10^{-4}$
Мышьяк	$3\ 10^{-2}$	$1\ 10^{-2}$	$3\ 10^{-3}$	$1{,}5\ 10^{-3}$	$7{,}5\ 10^{-4}$

Каждый из приготовленных образцов сравнения смешивают с порошковым графитом в соотношении 5:1 (по массе). Хранят образцы сравнения в бюксах или в банках с крышками в течение 1 года.

Приложение. **(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. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 123—78	Разд. 2	ГОСТ 8655—75	Разд. 2
ГОСТ 492—73	Разд. 2	ГОСТ 10297—94	Разд. 2
ГОСТ 859—78	Разд. 2	ГОСТ 11125—84	Разд. 2
ГОСТ 1089—82	Разд. 2	ГОСТ 14261—77	Разд. 2
ГОСТ 1277—75	Разд. 2	ГОСТ 14919—83	Разд. 2
ГОСТ 1973—77	Разд. 2	ГОСТ 16274.0—77	1.1
ГОСТ 3640—94	Разд. 2	ГОСТ 16274.8—77	5.2
ГОСТ 3765—78	Разд. 2	ГОСТ 19908—90	Разд. 2
ГОСТ 4200—77	Разд. 2	ГОСТ 20288—74	Разд. 2
ГОСТ 4220—75	Разд. 2	ГОСТ 20490—75	Разд. 2
ГОСТ 4328—77	Разд. 2	ГОСТ 22861—93	Разд. 2
ГОСТ 5817—77	Разд. 2	ГОСТ 23463—79	Разд. 2
ГОСТ 5955—75	Разд. 2	ГОСТ 24147—80	Разд. 2
ГОСТ 6008—90	Разд. 2	ТУ 6—04—65—82	Разд. 2
ГОСТ 6709—72	Разд. 2	ТУ 6—09—4011—77	Разд. 2
ГОСТ 6835—80	Разд. 2	ТУ 6—09—5360—87	Разд. 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