

СЕРЕБРО

Метод атомно-эмиссионного анализа

Silver. Method of atomic-emission analysis

ГОСТ
28353.1—89МКС 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, Δ_n , % | Массовая доля примеси, % | Норма погрешности, Δ_n , % |
|--------------------------|-----------------------------------|--------------------------|-----------------------------------|
| 0,00010 | $\pm 0,00006$ | 0,0030 | $\pm 0,0008$ |
| 0,00030 | $\pm 0,00015$ | 0,0050 | $\pm 0,0015$ |
| 0,00050 | $\pm 0,00025$ | 0,010 | $\pm 0,002$ |
| 0,0010 | $\pm 0,0004$ | 0,020 | $\pm 0,005$ |

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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



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 | 0,0002—0,002 |
| | 249,22 | 0,001—0,02 |
| Железо | 302,06 | 0,0001—0,01 |
| | 259,94 | |
| Платина | 265,94 | 0,0002—0,01 |
| Палладий | 342,12 | 0,0002—0,003 |
| | 340,46 | 0,0002—0,003 |
| | 324,27 | 0,0002—0,01 |
| Родий | 343,49 | 0,0002—0,003 |
| | 339,68 | |
| Висмут | 306,77 | 0,0001—0,002 |
| | 289,80 | 0,001—0,005 |
| Свинец | 283,31 | 0,0002—0,01 |
| | 266,32 | 0,0002—0,005 |
| | 261,42 | 0,0002—0,01 |
| Сурьма | 287,79 | 0,0002—0,005 |
| | 259,81 | 0,0002—0,002 |
| Цинк | 334,50 | 0,0005—0,005 |
| Кобальт | 345,35 | 0,0002—0,003 |
| | 340,51 | |
| Никель | 305,08 | 0,0002—0,002 |
| | 227,02 | |
| Мышьяк | 234,98 | 0,0002—0,004 |
| Теллур | 238,58 | 0,001—0,01 |
| Марганец | 279,83 | 0,0001—0,002 |
| | 279,48 | |
| | 259,37 | |
| | 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 $\overline{\Delta S}$. От средних значений $\overline{\Delta S}$ 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.