

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СУРЬМА

**Спектральный метод определения примесей
без предварительного обогащения**

Antimony. Spectral method for the determination of impurities
without preliminary concentration

**ГОСТ
1367.1—83**

**Взамен
ГОСТ 1367.1—76**

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 декабря 1983 г. № 6012 дата введения установлена 01.01.85

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает эмиссионный спектральный метод определения свинца, мышьяка, железа, олова, кремния, цинка, висмута, золота, никеля, меди, кадмия, магния, марганца и серебра без предварительного обогащения в сурьме.

Метод основан на зависимости интенсивности спектральной линии свинца, мышьяка, железа, олова, кремния, цинка, висмута, золота, никеля, меди, кадмия, магния, марганца и серебра от содержания этих элементов в сурьме при возбуждении этих элементов в дуге постоянного или переменного тока.

Эмиссионный спектральный метод без предварительного обогащения позволяет определять массовые доли примесей в сурьме, %:

свинца от $1 \cdot 10^{-5}$ до $3 \cdot 10^{-2}$
мышьяка от $1 \cdot 10^{-2}$ до $2 \cdot 10^{-1}$
железа от $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-1}$
олова от $1 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-1}$
кремния от $3 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}$
цинка от $5 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}$
висмута от $2 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-2}$
золота от $5 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-2}$
никеля от $5 \cdot 10^{-6}$ до $5 \cdot 10^{-3}$
меди от $5 \cdot 10^{-6}$ до $5 \cdot 10^{-4}$
кадмия от $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-3}$
магния от $2 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}$
марганца от $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-3}$
серебра от $1 \cdot 10^{-6}$ до $3 \cdot 10^{-5}$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 1367.0—83.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 с решеткой 600 штрихов на 1 мм или другой аналогичный прибор.

Спектрограф кварцевый средней дисперсии типа ИСП-30 или другой аналогичный прибор.

Микрофотометр нерегистрирующий типа МФ-2 или другой аналогичный прибор.

Источник постоянного тока, обеспечивающий напряжение не менее 200 В и рассчитанный на ток не менее 20 А.

Генератор активизированной дуги типа ДГ-2, ДГ-1, ПС-39 для ионизации межэлектродного промежутка в момент включения дуги постоянного тока или для работы с переменным током, рассчитанный в последнем случае на ток до 20 А.

Лампа инфракрасная НКЗ-500 по ТУ 16—87 ИФМР.675000.006 ТУ с регулятором напряжения РНО-250—0,5 или с регулятором аналогичного типа.

Станок для заточки графитовых электродов с частотой вращения до 1420 об/мин.

Электроды графитовые диаметра 6 мм марок С-2 или ОСЧ-7—4 простой формы с кратером диаметра 4 мм и глубиной 8 мм и с кратером диаметра 4 мм и глубиной 4 мм.

Электроды в форме «рюмки» из графита марок С-2 или ОСЧ-7—4 (черт. 1).

Контрэлектроды из графитовых стержней марки С-2 или ОСЧ-7—4 диаметром 6 мм, длиной 30—50 мм, один конец которых заточен на полусферу.

Порошок графитовый особой чистоты по ГОСТ 23463—79 или полученный из графитовых электродов марки ОСЧ-7—4.

Фотопластинки спектральные типа ЭС чувствительностью не менее 10 условных единиц по ГОСТ 10691.6—88 или типа II чувствительностью не менее 15 условных единиц по ГОСТ 10691.6—88 или фотопластинки аналогичного типа, обеспечивающие нормальное почернение аналитических линий и фона в спектре.

Фотопластинки спектральные типа III чувствительностью не менее 8 условных единиц по ГОСТ 10691.6—88 или фотопластинки аналогичного типа, обеспечивающие нормальное почернение аналитических линий и фона в спектре.

Проявитель по ГОСТ 10691.1—84.

Фиксаж: 300 г серноватистокислого натрия (ГОСТ 27068—86) и 20 г хлористого аммония (ГОСТ 3773—72) растворяют в 700 и 200 см³ воды соответственно, сливают полученные растворы вместе и доводят водой до 1 дм³.

Точность взвешивания фотореактивов 0,1 г.

Весы аналитические.

Бюксы из органического стекла.

Ступки агатовые, яшмовые из органического стекла с пестиками из такого же материала.

Шпатели из органического стекла.

Воронки из органического стекла для насыпки проб в кратер электрода (черт. 2).

Ванночки полиэтиленовые или пластмассовые с крышками вместимостью 50—100 см³ для хранения образцов сравнения.

Свинца окись по ТУ 6—09—5382—88.

Мышьяковистый ангидрид по ГОСТ 1973—77.

Железа окись по ТУ 6—09—5346—87.

Олова двуокись по ГОСТ 22516—77.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

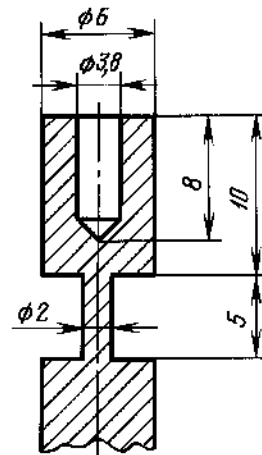
Цинка окись по ГОСТ 10262—73.

Висмута окись по ГОСТ 10216—75.

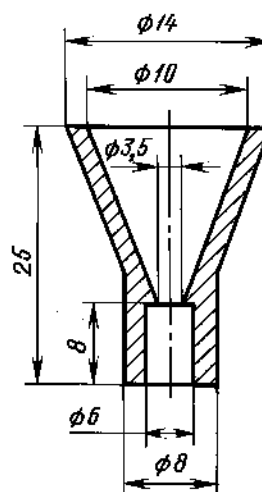
Золото металлическое по ГОСТ 6835—2002.

Никеля окись по ГОСТ 4331—78.

Меди окись по ГОСТ 16539—79.



Черт. 1



Черт. 2.

С. 3 ГОСТ 1367.1—83

Кадмия окись по ГОСТ 11120—75.

Магния окись по ГОСТ 4526—75.

Марганца (IV) окись по ГОСТ 4470—79.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—87.

Основа образцов сравнения: сурьма марок Су00000 или Су0000П, проверенная на отсутствие в их спектрах линий определяемых элементов: мышьяка, олова, кремния, золота — по ГОСТ 1367.1—83, свинца, железа, цинка, висмута, никеля, меди, кадмия, магния, марганца и серебра — по ГОСТ 1367.2—83.

Стандартный раствор золота: 200 мг металлического золота растворяют в 30 см³ царской водки (1 часть азотной кислоты и 3 части соляной кислоты) при умеренном нагревании до полного растворения золота.

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

1 см³ раствора содержит 2 мг золота.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление образцов сравнения

Основной образец сравнения (ООС) готовят введением в сурьму марки Су00000 или Су0000П, выбранную согласно разд. 2, анализируемых примесей в виде окислов или солей.

Готовят основной образец сравнения (ООС), содержащий по 1 % массовой доли свинца, мышьяка, железа, олова, кремния, цинка, висмута, золота, никеля, меди, кадмия, магния, марганца и серебра: в агатовую или яшмовую ступку помещают 807,9 мг сурьмы марки Су00000 или Су0000П в виде порошка размером частиц не более 0,074 мм и сначала добавляют каплями 5 см³ стандартного раствора золота (10 мг) при постоянном подсушивании под инфракрасной лампой. Затем в смесь добавляют 10,8 мг окиси свинца, 13,2 мг мышьяковистого ангидрида, 14,3 мг окиси железа, 12,7 мг двуокиси олова, 21,4 мг двуокиси кремния, 12,5 мг окиси цинка, 11,1 мг окиси висмута, 14,1 мг окиси никеля, 12,5 мг окиси меди, 11,4 мг окиси кадмия, 16,6 мг окиси магния, 15,8 мг перекиси марганца, 15,7 мг азотнокислого серебра и растирают с этиловым спиртом до получения однородной смеси.

Образцы сравнения ОС1 и ОС13 готовят последовательным разбавлением ООС, и каждого последующего образца сурьмой марок Су00000 или Су0000П, выбранной согласно разд. 2.

Массовая доля каждой из определяемых примесей в образцах ОС1—ОС13 и вводимые в смесь навески сурьмы и разбавляемого образца, смешиваемые для получения последующего образца, приведены в табл. 1.

Таблица 1

Обозначение образца	Массовая доля определяемых примесей, %	Масса навесок, г	
		Сурьмы марок Су00000 или Су0000П	Разбавляемого образца (в скобках указано его обозначение)
ОС1	$3 \cdot 10^{-1}$	1,400	0,600 (ООС)
ОС2	$1 \cdot 10^{-1}$	2,000	1,000 (ОС1)
ОС3	$3 \cdot 10^{-2}$	2,800	1,200 (ОС2)
ОС4	$1 \cdot 10^{-2}$	2,400	1,200 (ОС3)
ОС5	$3 \cdot 10^{-3}$	2,800	1,200 (ОС4)
ОС6	$1 \cdot 10^{-3}$	2,400	1,200 (ОС5)
ОС7	$3 \cdot 10^{-4}$	2,800	1,200 (ОС6)
ОС8	$1 \cdot 10^{-4}$	2,400	1,200 (ОС7)
ОС9	$3 \cdot 10^{-5}$	2,800	1,200 (ОС8)
ОС10	$1 \cdot 10^{-5}$	2,400	1,200 (ОС9)
ОС11	$3 \cdot 10^{-6}$	2,800	1,200 (ОС10)
ОС12	$1 \cdot 10^{-6}$	2,400	1,200 (ОС11)
ОС13	$3 \cdot 10^{-7}$	2,800	1,200 (ОС12)

Указанные в табл. 1 навески сурьмы и разбавляемого образца помещают в агатовую или яшмовую ступку, тщательно перетирают с этиловым спиртом (ОС8—ОС13 с этиловым спиртом, дважды перегнанным в кварцевом приборе) в течение 20 мин и высушивают под инфракрасной