

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

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, графит содержащих отходов металлургического и других производства, 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.

I. 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.

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 спектро-графические, 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 ректифицированный 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:

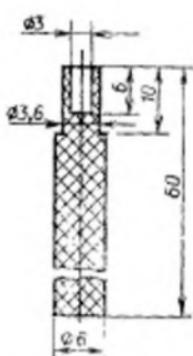
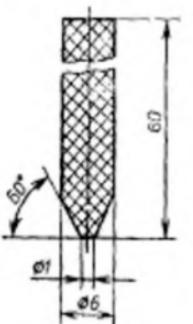
раствор I.

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 фотoreактивов 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 °C 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: SiO₂ — 10%; Fe₂O₃ — 2%; Al₂O₃ — 2%; CuO — 1%; Ni₂O₃ — 1%; PbO — 1%; Co₂O₃ — 1%.

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

определеняемых 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 см³ этилового спирта в течение 15 мин, а затем подсушивают смесь под инфракрасной лампой или в сушильном шкафу при 105—110 °C 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.