

Контрольный ЭКЗ



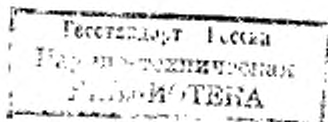
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА СВИНЦОВОГО СУРИКА ПОВЫШЕННОЙ ЧИСТОТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ, КОБАЛЬТА,
МАРГАНЦА И ХРОМА

ГОСТ 26958—86

Издание официальное



БЗ 10-95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА СВИНЦОВОГО
СУРИКА ПОВЫШЕННОЙ ЧИСТОТЫМетод определения ванадия, кобальта,
марганца и хромаГОСТ
26958—86Lead for high-purity red lead production.
Method for determination of vanadium, cobalt,
manganese and chromiumОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.87

Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральный метод определения ванадия, кобальта, марганца и хрома в свинце для производства свинцового сурика повышенной чистоты, используемого в оптическом стекловарении, в диапазоне массовых долей: кобальта от $1 \cdot 10^{-6}$ до $1,6 \cdot 10^{-5}$ %; ванадия, марганца и хрома от $2,5 \cdot 10^{-6}$ до $4 \cdot 10^{-5}$ % каждого.

Метод основан на отделении основной массы свинца в виде азотнокислого соединения, осаждении примесей вместе с сульфатом свинца и спектрографическом анализе полученного концентрата в дуге постоянного тока на дифракционном спектрографе типа ДФС-8.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа по ГОСТ 22306 с дополнением

1.1.1. Контроль правильности результатов анализа осуществляют методом добавок не реже одного раза в месяц, а также каждый раз при замене реактивов и растворов, после длительных перерывов в работе и других изменений, влияющих на результаты анализа.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1986
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с Изменениями

Величину добавки выбирают близкой к массовой доле примесей.

Определение массовой доли компонента в пробе с добавкой из трех навесок. Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за массовую долю данного компонента в пробе с добавкой. Найденную величину добавки находят как разность между найденными массовыми долями этого компонента в пробе с добавкой и в пробе без добавки.

Расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений компонента в пробе с добавкой не должно превышать значения d нормированного в методике анализа.

Результаты анализа проб считаются правильными, если найденная величина добавки отличается от введенной ее величины не более чем на $0,7 \sqrt{D_1^2 + D_2^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения результатов двух анализов для пробы с добавкой и без добавки соответственно.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Требования безопасности — по ГОСТ 22518.1 с дополнением

1.2.1. Концентрирование примесей и все операции по приготовлению образцов сравнения и подготовке проб к анализу проводят в боксах из органического стекла.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 с решеткой 600 или 1200 штр/мм (первый порядок) с трехлинзовой системой освещения щели.

Трех- и девятиступенчатый ослабитель.

Генератор дуговой, приспособленный для поджига дуги постоянного тока высокочастотным разрядом.

Генератор дуги постоянного тока, обеспечивающий напряжение не менее 200 В и силу тока не менее 20 А.

Микрофотометр, предназначенный для измерения почернений спектральных линий.

Спектропроектор типа ПС-18.

Весы аналитические, позволяющие взвешивать с погрешностью не более 0,0002 г.

Лампа инфракрасная любого типа мощностью до 500 Вт с лабораторным автотрансформатором типа ПНО-250—2 или аналогичным.

Электроплитка нагревательная по ГОСТ 14919.

Печь муфельная, позволяющая регулировать температуру до 700 °С.

Станок для заточки графитовых электродов типа КП-35 или любого другого типа.

Боксы из органического стекла.

Ступки с пестиком из органического стекла.

Нож танталовый или титановый.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Посуда кварцевая.

Весы торсионные типа ВТ или аналогичные с погрешностью взвешивания не более 0,001 г.

Электроды графитовые особой чистоты диаметром 6 мм с размером кратера 4 × 4 мм, предварительно обожженные в дуге переменного или постоянного тока силой 10—12 А в течение 10—15 с. Контрольные электроды графитовые, заточенные на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5—2,0 мм.

Воронка и палочка из оргстекла для перенесения навески в кратер электрода.

Образцы сравнения для построения градуировочного графика, приготовленные по приложению.

Порошок графитовый особой чистоты по ГОСТ 23463.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125 и растворы 1:2 и 1:1.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262 и раствор 1:1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с массовой концентрацией 30 г/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дополнительно перегнанная в кварцевом аппарате.

Фотопластинки «спектрографические» типов I и II или типов ПФС-02, ПФС-03.

Тип I заряжают в кассету для области спектра 310,0—350,0 нм, тип II — для более коротковолновой области.

Проявитель метол-гидрохиноновый, состоящий из двух растворов, которые перед проявлением смешивают в соотношении 1:2.

Раствор 1:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709

калий углекислый по ГОСТ 4221

до 1 дм³;

до 60 г.

Раствор 2:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709

метол по ГОСТ 25664

гидрохинон по ГОСТ 19627

до 2 дм³;

6 г;

15 г;

натрий сернистоокислый по ГОСТ 195	90 г;
калий бромистый по ГОСТ 4160	6 г.

Фиксаж:

натрий тиосульфат кристаллический по ГОСТ 244	250 г;
аммоний хлористый по ГОСТ 3773	50 г;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709	до 1 дм ³ .

Разрешается применять проявитель и фиксаж другого состава. Время проявления фотопластинок 5 мин при температуре проявителя 18—20 °С.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10, 20 см³.

П р и м е ч а н и е. Допускается применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектра и других спектрографических приборов и установок, других материалов и реактивов при условии получения показателей точности не хуже установленных настоящим стандартом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Пробу свинца массой 10 г нарезают кусочками по 50—500 мг и помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³. Приливают 20 см³ раствора уксусной кислоты, интенсивно перемешивают, кислоту сливают и 2—3 раза промывают водой по 15—20 см³. Свинец растворяют при нагревании (кварцевые колбы закрыты часовым стеклом) в 50 см³ раствора азотной кислоты 1:2. После полного растворения массы навески раствор доводят до кипения и приливают 50 см³ кипящей азотной кислоты равными порциями в четыре приема при интенсивном перемешивании (кислоту предварительно кипятят до удаления окислов азота).

Выпадает осадок нитрата свинца.

Содержимое колбы упаривают до 90—80 см³ (метка на колбе) и охлаждают в проточной воде в течение 40—50 мин. Раствор сливают в кварцевую чашку вместимостью 100 см³. Осадок дважды промывают азотной кислотой по 15 см³, тщательно перемешивая. После отстаивания промывной раствор декантируют в чашку с основным раствором и выпаривают под лампой до объема 2—3 см³. Стенки чашки обмывают 10 см³ воды, в которой полностью растворяют осадок, добавляют 1,0—1,5 см³ раствора серной кислоты. Содержимое чашки выпаривают под лампой, затем на электроплитке до прекращения выделения паров сернистого ангидрида и прокалывают в муфельной печи в течение 30 мин при температуре 550 °С. Масса

концентрата должна быть не менее 200 мг. Если масса концентрата получается меньше, то добавляют до 200 мг недостающее количество сульфата свинца, используемого в качестве основы для приготовления образцов сравнения. Рассчитывают коэффициент обогащения по формуле

$$K = \frac{10000}{m},$$

где m — масса полученного концентрата примесей, мг.

Одновременно через весь ход анализа ведут контрольный опыт для внесения в результат анализа поправки на чистоту реактивов и условий опыта. Для этого в конические колбы вместимостью 250—300 см³ приливают все реактивы, необходимые для растворения свинца, осаждения и отделения его нитрата (как при обогащении пробы). Содержимое колбы упаривают, переливают в кварцевую чашку. Стенки колбы обмывают 10 см³ воды. Раствор упаривают под лампой до 2—3 см³. Добавляют в чашку 200 мг сульфата свинца (основа для приготовления образцов сравнения) и 1,0—1,5 см³ раствора серной кислоты.

Содержимое чашки выпаривают под лампой или на электроплитке до прекращения выделения паров сернистого ангидрида и прокаливают в муфельной печи при температуре 550 °С в течение 30 мин.

Полученный концентрат примесей пробы, контрольного опыта и образцы сравнения смешивают с графитовым порошком в соотношении 5:1, по 100 мг помещают с помощью воронки в кратер предварительно обожженного графитового электрода и уплотняют палочкой из оргстекла. Спектры фотографируют через трехступенчатый ослабитель на спектрографе типа ДФС-8 в дуге постоянного тока силой 15 А по два раза. Ширина щели спектрографа 0,015 мм. Время экспозиции 1 мин (до выгорания, плюс 10 с). Каждую пробу обогащают из трех навесок.

(Изменения редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют интенсивность почернения аналитических линий определяемых элементов и близлежащего фона (длины волны в нм):

ванадий — 318,4

кобальт — 345,3

марганец — 279,4

хром 302,1 или хром 427,4.

По измеренным почернениям, пользуясь характеристической кривой фотопластинки, находят интенсивность линии и интенсивность фона и строят градуировочные графики в координатах $\lg J$, $\lg C$,

где J — интенсивность линии с учетом фона;

C — массовая доля примесей в образцах сравнения, %.

По градуировочному графику находят массовую долю примеси в концентрате пробы (C_1) и концентрате контрольного опыта (C_2).

Массовую долю примеси в пробе свинца (C) в процентах вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_1}{K_1} - \frac{C_2}{K_2},$$

где K_1 — коэффициент обогащения пробы;

K_2 — коэффициент обогащения контрольного опыта.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений (каждое параллельное определение из двух спектрограмм).

Значение результатов анализа округляют и выражают числом с двумя значащими цифрами.

Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов двух анализов при доверительной вероятности $P'=0,95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей рассчитывают методом линейной интерполяции.

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Расхождение результатов параллельных определений $n=3$	Расхождение результатов двух анализов
Ванадий	$2,5 \cdot 10^{-6}$	$0,9 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$
	$4 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$
	$8 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-6}$
	$1 \cdot 10^{-5}$	$0,4 \cdot 10^{-5}$	$0,5 \cdot 10^{-5}$
	$2 \cdot 10^{-5}$	$0,7 \cdot 10^{-5}$	$0,9 \cdot 10^{-5}$
	$4 \cdot 10^{-5}$	$1,5 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
Кобальт	$1 \cdot 10^{-6}$	$0,4 \cdot 10^{-6}$	$0,6 \cdot 10^{-6}$
	$2 \cdot 10^{-6}$	$0,9 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$
	$4 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$
	$8 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-6}$
	$1,6 \cdot 10^{-5}$	$0,7 \cdot 10^{-5}$	$0,9 \cdot 10^{-5}$

Продолжение

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Расхождение результатов параллельных определений $n=3$	Расхождение результатов двух анализов
Марганец	$2,5 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$
	$4 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$
	$8 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-6}$
	$1 \cdot 10^{-5}$	$0,4 \cdot 10^{-5}$	$0,6 \cdot 10^{-5}$
	$2 \cdot 10^{-5}$	$0,9 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-5}$
	$4 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
Хром	$2,5 \cdot 10^{-6}$	$0,9 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$
	$4 \cdot 10^{-6}$	$1,5 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$
	$8 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-6}$
	$1 \cdot 10^{-5}$	$0,4 \cdot 10^{-5}$	$0,5 \cdot 10^{-5}$
	$2 \cdot 10^{-5}$	$0,7 \cdot 10^{-5}$	$0,9 \cdot 10^{-5}$
	$4 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ
*Обязательное***ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ПОСТРОЕНИЯ
ГРАДУИРОВОЧНЫХ ГРАФИКОВ**

Основой приготовления образцов для построения градуировочных графиков служит сернокислый свинец, полученный из свинца высокой чистоты марок С0000 или С000 по ГОСТ 22861. Свинец растворяют в азотной кислоте 1:2 при нагревании (кварцевые колбы закрыты часовым стеклом). После полного растворения всей массы навески осаждают свинец в виде сернокислого соединения добавлением серной кислоты или ее раствора 1:1. Раствор с осадка сливают и отбрасывают. Осадок дважды промывают водой, высушивают и прокаливают в муфельной печи при температуре $\sim 550^\circ\text{C}$ в течение 40—60 мин.

Сернокислый свинец хранят в полиэтиленовой посуде с завинчивающейся крышкой.

Стандартные растворы

Стандартные растворы ванадия: 0,0895 г V_2O_5 по ТУ 6—09—1948—78 помещают в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ азотной кисло-

ты, нагревают и добавляют 10 см³ перекиси водорода по ГОСТ 10929 (порциями по 2—3 см³) до полного растворения массы навески. После охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ азотной кислоты и доводят до метки водой.

1 см³ раствора А содержит 0,5 мг ванадия.

20 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ азотной кислоты и доводят до метки водой.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг ванадия.

10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ азотной кислоты и доводят до метки водой.

1 см³ раствора В содержит 0,05 мг ванадия.

Стандартные растворы марганца: 0,050 г металлического марганца по ГОСТ 6008 помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 5 см³ раствора азотной кислоты 1:1. После растворения всей массы навески раствор нагревают до кипения для удаления окислов азота, охлаждают и количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят до метки водой.

1 см³ раствора Г содержит 0,5 мг марганца.

20 см³ раствора Г переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора азотной кислоты 1:1 и доводят до метки водой.

1 см³ раствора Д содержит 0,1 мг марганца.

10 см³ раствора Г переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора азотной кислоты 1:1 и доводят до метки водой.

1 см³ раствора Е содержит 0,05 мг марганца.

Стандартные растворы хрома: 0,0731 г хромовокислого аммония (NH₄)₂CrO₄ по ГОСТ 3774 помещают в стакан вместимостью 50 см³ и растворяют в 10—15 см³ воды. После растворения всей массы навески раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

1 см³ раствора Ж содержит 0,5 мг хрома.

20 см³ раствора Ж переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой.

1 см³ раствора З содержит 0,1 мг хрома.

10 см³ раствора З переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой.

1 см³ раствора И содержит 0,05 мг хрома.

Стандартные растворы кобальта: 0,050 г металлического кобальта по ГОСТ 123 помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ раствора азотной кислоты 1:1. Полученный раствор нагревают до кипения для удаления окислов азота, охлаждают и переводят количественно в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят до метки водой.

1 см³ раствора К содержит 0,5 мг кобальта.

10 см³ раствора К переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора азотной кислоты 1:1, доводят до метки водой.

1 см³ раствора Л содержит 0,05 мг кобальта.

20 см³ раствора Л переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора азотной кислоты 1:1, доводят до метки водой.

1 см³ раствора М содержит 0,01 мг кобальта.

Растворы могут храниться в течение 2—3 мес. При необходимости их анализируют атомно-абсорбционным или химическим методами.

Приготовление образцов сравнения: в кварцевую чашку помещают навеску основы массой 10 г, смачивают ее 1—2 см³ воды, добавляют растворы в соответствии с таблицей, высушивают под инфракрасной лампой, затем на электроплитке и прокаливают в муфельной печи при температуре 550 °С в течение 1 ч.

Номер образца сравнения	Определяемый элемент	Массовая концентрация элемента в рас- творе, мг/см ³	Количество рас- твора, вносимое в образец сравнения, см ³	Массовая доля элемента в образце сравнения, %
1	Co	0,05	1,6	$8 \cdot 10^{-4}$
	V, Mn, Cr	0,1	2,0	$2 \cdot 10^{-3}$
2	Co	0,05	0,8	$4 \cdot 10^{-4}$
	V, Mn, Cr	0,1	1,0	$1 \cdot 10^{-3}$
3	Co	0,05	0,4	$2 \cdot 10^{-4}$
	V, Mn, Cr	0,1	0,5	$5 \cdot 10^{-4}$
4	Co	0,01	1,0	$1 \cdot 10^{-4}$
	V, Mn, Cr	0,05	0,5	$2,5 \cdot 10^{-4}$
5	Co	0,01	0,5	$5 \cdot 10^{-5}$
	V, Mn, Cr	0,05	0,25	$1,25 \cdot 10^{-4}$

Полученную массу каждого образца тщательно перемешивают кварцевым пестиком и хранят в бюксах или полиэтиленовых банках с закручивающимися крышками.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.И. Иванов, Л.К. Ларина, Н.С. Белеикова, Н.Г. Ходякова,
Г.Н. Сивкова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.07.86 № 2126

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 61—75	Разд. 2
ГОСТ 123—78	Приложение
ГОСТ 195—77	Разд. 2
ГОСТ 244—76	Разд. 2
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 3773—72	Разд. 2
ГОСТ 3774—76	Приложение
ГОСТ 4160—74	Разд. 2
ГОСТ 4221—76	Разд. 2
ГОСТ 6008—90	Приложение
ГОСТ 6709—72	Разд. 2
ГОСТ 10929—76	Приложение
ГОСТ 11125—84	Разд. 2
ГОСТ 14262—78	Разд. 2
ГОСТ 14919—83	Разд. 2
ГОСТ 19627—74	Разд. 2
ГОСТ 22306—77	1.1
ГОСТ 22518.1—77	1.2
ГОСТ 22861—93	Приложение
ГОСТ 23463—79	Разд. 2
ГОСТ 25664—83	Разд. 2
ТУ 6—09—1948—78	Приложение

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 08.04.92 № 375

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1997 г.) с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1992 г. (ИУС 7—92)

Редактор *А.В. Цыганкова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 30.05.97. Подписано в печать 01.07.97.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,67. Тираж 133 экз. С651. Зак. 471.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"

Москва, Лялин пер., 6.

Плр № 080102