

С С С Р

О Т Р А С Л Е В О Й   С Т А Н Д А Р Т

---

ХРОМ. МЕТОДЫ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

ОСТ 90063-72

Издание официальное

УДК 669.26:543.06

Группа В-59

О Т Р А С Л Е В О Й   С Т А Н Д А Р Т

---

ОСТІ 90063-72

ХРОМ. МЕТОДЫ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Взамен инструкции  
№ 771-60

---

Срок введения установлен с 1/1-1973 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на металлический хром и его окислы и устанавливает спектрографические методы определения содержания примесей: свинца, олова, висмута и сурьмы в металлическом хроме и его окислах.

Рег. № ВИС - 1410 от 15/УШ-1972 г.

---

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

## І. Аппаратура, материалы и реактивы

І.І. Для проведения анализа применяют следующие аппаратуру, материалы и реактивы:

спектрограф большой дисперсии (ДФС-ІЗ, СТЭ-І, КСА-І);  
генератор дуги переменного тока (ДГ-І, ДГ-2, ПС-39);  
микрофотометр (МФ-2, МФ-4, ИФО-45І);  
аналитические весы типа АДВ-200М;  
муфельную печь;  
электроплиту;  
малый токарный станок для заточки нижних угольных электродов;  
приспособление для заточки верхних угольных электродов;  
ступку яшмовую, агатовую или халцедоновую;  
подставку для хранения нижних и верхних электродов;  
пестик из оргстекла для набивки нижних электродов;  
угли спектрально чистые марки В-3 (прутки  $\varnothing$  6 мм);  
фотопластинки спектрографические, тип 2, чувствительность 7-10 относительных единиц;  
проявитель и фиксаж стандартные;  
металлический хром высокой степени очистки;  
химическую посуду: колбы, чашки фарфоровые, тигли, стеклянные колпаки, пипетки, мензурки, часовые стекла, боксы, эксикаторы и др.;  
соляную кислоту, перегнанную, уд. вес 1,12;  
аммиак, 25%-ный раствор;  
титрованные растворы свинца, олова, висмута с  $T = 0,0001$  г/мл и сурьмы с  $T = 0,001$  г/мл.

## 2. Приготовление эталонов

2.І. Исходным материалом для приготовления эталонов служит металлический хром с повышенной степенью очистки или окись хрома химически чистая.

Состав эталонов указан в табл.І.

Таблица I

В %				
№ эталона	Sn	Bi	Pb	Sb
1	0,01000	0,00010	0,00025	0,0063
2	0,00400	0,01000	0,00010	0,0025
3	0,00160	0,00400	0,01000	0,0010
4	0,00063	0,00160	0,00400	0,1000
5	0,00025	0,00063	0,00160	0,0400
6	0,00010	0,00025	0,00063	0,0160

2.2. Металлический хром измельчают и просеивают через сито с отверстиями не более 1 мм. Семь навесок, по 3 г каждая, помещают в колбы емкостью 250 мл, туда же добавляют примеси, отмеряя пипеткой титрованные растворы свинца, олова, висмута и сурьмы в соответствующих каждому эталону количествах, приведенных в табл.2. Последняя навеска предназначена для контрольного опыта (холостого).

2.3. Навески, смоченные титрованными растворами, растворяют в 60 мл концентрированной соляной кислоты при нагревании. Растворение ведут около 30 мин, колбы предварительно прикрывают часовыми стеклами. Раствор переливают в чашки, охлаждают и нейтрализуют 150 мл аммиака, после чего упаривают и высушивают на плитке. Сухой остаток прокаливают в муфельной печи сначала при температуре 300° в течение 15-20 мин для удаления кристаллов  $NH_4Cl$ , затем при температуре 600° в течение 3 часов. В полученный порошок окиси хрома добавляют равное количество угольного порошка, смесь растирают в ступке и пересыпают в бумажки или пакетики из кальки. Порошки-эталон и порошки-пробы следует хранить в эксикаторе.

Таблица 2

№ эталона	мл			
	Sn	Bi	Pb	Sb
	T= 0,0001 г/мл			T=0,001 г/мл
1	3,000	0,030	0,075	0,189
2	1,200	3,000	0,030	0,075
3	0,480	1,200	3,000	0,030
4	0,189	0,480	1,200	3,000
5	0,075	0,189	0,480	1,200
6	0,030	0,075	0,189	0,480
7	0	0	0	0

2.4. Для приготовления эталонов можно также использовать окись хрома химически чистую. Семь навесок, по 4,3846 г каждая, помещают в фарфоровые чашки, куда добавляют титрованные растворы согласно табл.2 и немного воды (до получения жидкой консистенции), размешивая стеклянной палочкой. Чашки ставят на плиту для упаривания влаги и высушивания осадка. Осадок прокаливают при температуре 450-500° в течение 1 часа, растирают в ступке и хранят, как в предыдущем случае.

2.5. Чистый угольный порошок готовят следующим образом: угольные прутки прокаливают в муфельной печи при температуре 900° в течение 1 часа, измельчают ножом из нержавеющей стали, и полученный порошок растирают в ступке.

Второй способ: угольные прутки разрезают пополам, в местах разреза обжигают в дуге переменного тока силой 16 а в течение 30 сек. Остывшие концы соскабливают ножом из нержавеющей стали.

### 3. Подготовка электродов и проб

3.1. В качестве электродов используют угольные стержни. Верхний электрод, стержень длиной 6-13 см, затачивают на

конус под углом  $30^{\circ}$  и закругляют вершину на радиус 1,5 мм.

Нижний электрод, стержень длиной 2,5-8 мм, вытачивают в форме ручки: диаметр отверстия 3,5 мм, глубина 9 мм, высота шейки 5-6 мм, диаметр шейки 3 мм.

3.2. Пробы, поступающие на анализ в виде металлического хрома, предварительно переводят в окись хрома, как указано в разделе 2, только без добавления примесей. Пробы в виде окиси хрома смешивают с угольным порошком в соотношении 1:1 и перетирают в ступке в течение 10-15 мин.

Кратеры нижних электродов заполняют анализируемыми порошками с помощью вибрационной набивалки или вручную. При ручной набивке порошок плотно утрамбовывают пестиком. Остатки с торца снимают, проводя им по плотной бумаге, а с боковой поверхности - ватой. Наполненные электроды устанавливают на подставке (брусочек с высверленными отверстиями) и накрывают колпаком.

Для каждого образца наполняют по 4 угольных электрода, для каждого эталона - по 2.

#### 4. Условия фотографирования

4.1. Фотографирование проводят на спектрографе. Ширина щели 0,015-0,020 мм, конденсорная система - трехлинзовая, применяют промежуточную диафрагму высотой 5 мм (для экранирования раскаленных концов электродов). Сила тока 16 а, аналитический промежуток 2 мм, задающий промежуток на разряднике 0,5 мм, экспозиция 30 сек.

Для каждой пробы фотографируют по 4 спектра и для каждого эталона по 2 спектра.

В случае недостаточного почернения линии сурьмы  $Sb\ 2598,54 \text{ \AA}$  можно фотографировать две пробы на один спектр.

Проявление пластинок стандартное.

#### 5. Фотометрирование и расчет

5.1. Анализ проводится по методу "трех эталонов". Рекомендуются следующие аналитические пары линий ( $\text{Å}$ ):

$Pb\ 2833,07 - Cz\ 2838,79$

$Sn\ 3262,33 - Cz\ 3169,58$

$\text{Sn}$  3175,02 -  $\text{Cr}$  3169,58  
 $\text{Bi}$  3067,72 -  $\text{Cr}$  3071,30  
 $\text{Se}$  2598,54 -  $\text{Cr}$  2601,85

В качестве внутреннего стандарта используют линии хрома. Фотометрирование малых почернений проводят по шкале "W". Градуировочные графики строят в координатах  $\Delta S - \lg C$ .

5.2. Результаты анализа выдают, как среднее четырех параллельных измерений. Расхождение между параллельными определениями допускаются  $\pm 20\%$  относительных.

Чувствительность метода составляет для висмута, свинца и олова  $1 \cdot 10^{-4}\%$ , для сурьмы  $2 \cdot 10^{-3}\%$ .

#### 6. Техника безопасности

6.1. При наладке аппаратуры и проведения спектрального анализа необходимо руководствоваться Правилами по устройству и содержанию лабораторий и пунктов спектрального анализа, утвержденными Президиумом АН СССР 29/VI-53 г. и согласованными с ВЦСПС.

Верно -

*Тараева*

(Тараева)

Заказ И184/26. 12.X.72 г. Рассылается по списку. Тираж 420 экз.

Множительная база