ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 22518.1-77—ГОСТ 22518.4-77

Издание официальное

БЗ 10—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.4:543.42:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Химико-спектральный метод определения примесей

ГОСТ 22518.1—77

Lead of high purity.
Chemical spectral method for the determination of additions

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральный метод определения массовой доли висмута, алюминия, кадмия, индия, цинка, натрия, железа, магния, серебра, меди, кальция, сурьмы, мышьяка, никеля в свинце высокой чистоты марок С0000, С000, С00.

Метод основан на получении концентрата примесей путем отделения основной массы свинца в виде нитрата и спектральном определении примесей в концентрате.

Метод обеспечивает при 300-кратном обогащении определение массовой доли примесей в свинце в процентах:

висмут	$7 \cdot 10^{-7}$—$5 \cdot 10^{-4}$
алюминий	$1 \cdot 10^{-6}$—$5 \cdot 10^{-5}$
кадмий	$5 \cdot 10^{-8}$—$5 \cdot 10^{-5}$
индий	$3 \cdot 10^{-7}$—$1 \cdot 10^{-5}$
цинк	$1 \cdot 10^{-6}$—$1 \cdot 10^{-4}$
натрий	$2 \cdot 10^{-6}$—$1 \cdot 10^{-4}$
железо	$2 \cdot 10^{-6}$—$1 \cdot 10^{-4}$
магний	$1 \cdot 10^{-6}$—$1 \cdot 10^{-4}$
серебро	$1 \cdot 10^{-7}$—$1 \cdot 10^{-5}$

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с изменениями

медь . . . . . $7 \cdot 10^{-8}$—$1 \cdot 10^{-5}$
кальций . . . . . $5 \cdot 10^{-6}$—$1 \cdot 10^{-4}$
сурьма . . . . . $5 \cdot 10^{-6}$—$1 \cdot 10^{-4}$
мышьяк . . . . . $3 \cdot 10^{-6}$—$1 \cdot 10^{-4}$
никель . . . . . $1 \cdot 10^{-6}$—$1 \cdot 10^{-5}$

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22306.

1.1.1. Отбор проб — по ГОСТ 22861.

1.1.2. Числовые значения результатов анализа округляют и выражают числом с последней цифрой того же разряда, что и у числового значения соответствующего допускаемого расхождения.

1.1.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют по ГОСТ 22306 каждый раз при замене партии образцов сравнения, при ремонте установок, после длительных перерывов в работе и других изменениях, влияющих на результат анализа.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. При анализе свинца высокой чистоты все работы в лаборатории спектрального анализа должны проводиться на приборах и электроустановках, серийно изготовляемых по техническим условиям и чертежам заводов-изготовителей, соответствующим правилам устройства электроустановок, утвержденным Госэнергонадзором. Пробы свинца, поступившие на анализ, следует хранить в полиэтиленовых пакетах, а реактивы, применяемые для анализа, — в фабричной упаковке, в шкафах или боксах из оргстекла, оборудованных вентиляцией.

1а.2. При использовании в эксплуатации электроприборов и электроустановок в процессе спектрального анализа необходимо соблюдать правила технической эксплуатации электроустановок потребителей и правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденные Госэнергонадзором, и по ГОСТ 12.3.019. Все приборы должны быть снабжены устройствами для заземления, соответствующими ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 2.721. Заземление должно соответствовать правилам устройства электроустановок, утвержденным Госэнергонадзором.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1а.2.1. При анализе свинца высокой чистоты используют следую-

щие реактивы и материалы, оказывающие вредное действие на организм человека: свинец, кадмий, индий, медь, сурьма, мышьяк, никель, ртуть, таллий, аммиак, хлороформ, четыреххлористый углерод, этиловый спирт, азотная, соляная, серная и уксусная кислоты, угольные электроды, при заточке которых образуется углеродсодержащая пыль. При работе с указанными веществами следует соблюдать требования безопасности, изложенные в нормативно-технической документации на их изготовление и применение. При работе с легковоспламеняющимися и горючими веществами следует выполнять требования ГОСТ 12.1.004.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а.2.2. При выполнении анализов необходимо соблюдать основные правила безопасной работы в химических лабораториях.

1а.3. Для предотвращения попадания в воздух рабочей зоны озона, оксидов азота, металлов и углерода, выделяющихся в источниках возбуждения спектров и вредно действующих на организм работающего, в количествах, превышающих предельно-допустимые концентрации, каждый источник возбуждения спектров должен быть расположен внутри приспособления, оборудованного местной вытяжной вентиляцией.

1а.3.1. Каждый источник возбуждения спектров должен иметь металлический кожух для защиты от электромагнитных излучений и ожога ультрафиолетовыми лучами.

1а.3.2. Станок, используемый для заточки угольных электродов, должен иметь встроенный пылегазоприемник вытяжной вентиляции для предотвращения попадания углеродсодержащей пыли в воздух рабочей зоны в количествах, превышающих предельно-допустимые концентрации.

1а.3.3. Подготовку проб к анализу (взятие навесок, растворение, выпаривание) должны проводить в боксах, оборудованных местной вытяжной вентиляцией.

1а.4. Содержание вредных веществ, приведенных в п. 1а.2.1, в воздухе рабочей зоны не должно превышать нормы, приведенной в ГОСТ 12.1.005.

Анализы проб воздуха на содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны — по техническим условиям на методы определения вредных веществ в воздухе, утвержденным Минздравом СССР, и методикам, разработанным в соответствии с ГОСТ 12.1.016.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а.5. Пробы свинца высокой чистоты, оставшиеся от анализа, должны возвращать изготовителю (заказчику). С целью охраны окружающей среды утилизацию, обезвреживание и уничтожение вредных веществ—отходов от производства анализов должны проводить в соответствии с нормативно-технической документацией, согласованной с Минздравом СССР.

1а.6. Помещения лаборатории спектрального анализа и их освещение должны соответствовать СН 245—71 и СНиП П—4—79.

1а.6.1. Лаборатория спектрального анализа должна иметь общую приточно-вытяжную вентиляцию по ГОСТ 12.4.021.

1а.6.2. Помещение лаборатории должно иметь огнетушители и ящики для песка по ГОСТ 12.4.009.

1а.6.3. При анализе свинца высокой чистоты лаборатория спектрального анализа должна быть обеспечена специальными бытовыми помещениями и устройствами согласно СНиП П—92—76 (по группе III а производственных процессов).

1а.7. При анализе свинца высокой чистоты все работы необходимо выполнять в сухой исправной спецодежде, используя защитные средства (резиновые перчатки, защитные очки, респиратор), согласно ГОСТ 12.4.011 и типовым отраслевым нормам бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений рабочим и служащим предприятий цветной металлургии, утвержденным Государственным комитетом по труду и социальным вопросам. Спецодежду необходимо хранить в шкафах, отдельно от собственной одежды, еженедельно сдавая ее в стирку. Не допускается выносить спецодежду, а также находиться в ней за пределами рабочего помещения.

1а.7.1. Работающих со свинцом должны снабжать пищевыми продуктами, заменяющими молоко, согласно правилам бесплатной выдачи молока или других равноценных пищевых продуктов рабочим и служащим, занятым в производствах, цехах, на участках и в других подразделениях с вредными условиями труда, утвержденным Государственным комитетом по труду и социальным вопросам, — которые необходимо принимать до и после окончания работы.

1а.7.2. К работе в спектральных лабораториях должны допускаться лица, обученные основным приемам работы с приборами на электроустановках и методам анализа.

1а.7.3. Поступающие на работу, а также работающие должны проходить: предварительные и периодические медицинские осмот-

ры, предварительное обучение методам работы с вредными веществами и правилам обращения с защитными средствами; инструктаж по технике безопасности с соответствующей записью в установленном порядке по ГОСТ 12.0.004.

Разд. 1а. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии типа ИСП-28 или ИСП-30 (комплектная установка).

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 или ДФС-13 (комплектная установка).

Источник постоянного тока, обеспечивающий напряжение 200—400 В и силу тока до 16 А.

Микрофотометр любого типа, позволяющий измерять плотность почернения аналитических линий.

Электроплитка нагревательная по ГОСТ 14919.

Электропечь муфельная с терморегулятором до 1000 °С.

Станок для заточки угольных электродов.

Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и весы торсионные с погрешностью взвешивания не более 0,001 г.

Секундомеры.

Колпаки стеклянные.

Боксы из органического стекла.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100; 200 $см^3$.

Колбы кварцевые вместимостью 250 и 500 $см^3$.

Тигли кварцевые вместимостью 50 и 100 $см^3$.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$ по ГОСТ 29169.

Аппараты кварцевые для перегонки воды и кислот.

Подставки для электродов из органического стекла.

Пинцеты хромированные с наконечниками из фторопласта.

Баночки полиэтиленовые или пластмассовые с крышками вместимостью 50 и 100 $см^3$.

Нож из титана или тантала.

Электроды угольные особой чистоты следующих размеров: нижний — с кратером глубиной 4 мм, диаметром 4 мм и толщиной стенок 0,5 мм; верхний — диаметром 6 мм, длиной 30—50 мм, один конец заточен на конус.

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463.

Кислота азотная по ГОСТ 11125 (при необходимости дважды перегнанная в кварцевом аппарате) и разбавленная 1:2.

Кислота серная по ГОСТ 14262 (перегнанная в кварцевом аппарате), разбавленная 1:1.

Кислота винная по ГОСТ 5817, ч.д.а.

Кислота уксусная по ГОСТ 18270, ос. ч, раствор с концентрацией 30 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Свинец высокой чистоты по ГОСТ 22861.

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

Свинец сернокислый; готовят следующим образом: 40 г свинца высокой чистоты растворяют в 150 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:2, осаждают сульфат свинца постепенным добавлением концентрированной серной кислоты. Раствор с осадка сливают и отбрасывают. Осадок дважды промывают 130 см^3 воды, подкисленной азотной кислотой, высушивают и прокаливают в муфельной печи при 550 °С. Сернокислый свинец хранят в полиэтиленовой баночке.

Раствор азотнокислого висмута, содержащий 1 мг висмута в 1 см^3.

Раствор азотнокислого алюминия, содержащий 1 мг алюминия в 1 см^3.

Раствор азотнокислого кадмия, содержащий 1 мг кадмия в 1 см^3.

Раствор азотнокислого индия, содержащий 1 мг индия в 1 см^3.

Раствор азотнокислого цинка, содержащий 1 мг цинка в 1 см^3.

Раствор азотнокислого железа, содержащий 1 мг железа в 1 см^3.

Раствор азотнокислого магния, содержащий 1 мг магния в 1 см^3.

Раствор азотнокислого серебра, содержащий 1 мг серебра в 1 см^3.

Раствор азотнокислой меди, содержащий 1 мг меди в 1 см^3.

Раствор азотнокислого кальция, содержащий 1 мг кальция в 1 см^3.

Раствор азотнокислого никеля, содержащий 1 мг никеля в 1 см^3.

Перечисленные растворы готовят растворением рассчитанных количеств металлов, их окислов, углекислых или азотнокислых солей в азотной кислоте. Полученные растворы переносят в мерные колбы, доводят до метки водой и перемешивают. В растворах не допускается присутствие ионов хлора.

Раствор азотнокислой сурьмы, содержащий 1 мг сурьмы в 1 см^3; готовят следующим образом: в стакан вместимостью 50 см^3 помеща-

ют 200 мг тонко измельченной сурьмы по ГОСТ 1089 и приливают 20 см^3 концентрированной азотной кислоты. Содержимое стакана нагревают на водяной бане до перехода всей сурьмы в метасурьмяную кислоту. Далее, не прекращая нагревания, приливают 10 см^3 воды и добавляют 4 г винной кислоты. Полученный прозрачный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор мышьяка, содержащий 10 мг мышьяка в 1 см^3; готовят растворением расчетного количества мышьяковистого ангидрида по ГОСТ 1973 в воде с добавлением нескольких капель аммиака при слабом нагревании. Раствор переносят в мерную колбу, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор натрия, содержащий 1 мг натрия в 1 см^3; готовят растворением навески хлористого натрия в воде. Раствор переносят в мерную колбу, доводят до метки водой и перемешивают.

Фотопластинки спектрографические типов I, II, ЭС, УФШ-3, диапозитивные и «панхром».

Проявитель метолгидрохиноновый.

Фиксаж кислый.

Образцы сравнения.

Примечание. Допускается применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектров и других спектральных приборов, реактивов, материалов и фотопластинок, обеспечивающих получение показателей точности, регламентированных настоящим стандартом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Основой для приготовления образцов сравнения служит сернокислый свинец. Для приготовления образца № 1 (серия 1) в кварцевую чашку вместимостью 200 см^3 помещают 43,9 г сернокислого свинца и вводят стандартные растворы таким образом, чтобы они не касались поверхности чашки. Растворы вводят поочередно, после подсушивания предыдущей порции. Объем растворов и их массовые концентрации приведены в табл. 1;

Смесь осторожно выпаривают, высушивают, прокаливают в муфельной печи при 550 °С в течение 1 ч и растирают кварцевым пестиком.

Таблица 1

Определяемый элемент	Массовая концентрация стандартного раствора, мг/см^3	Объем стандартного раствора, см^3
Висмут	1,0	3
Алюминий	1,0	1,8
Кадмий	0,1	3
Индий	0,1	9
Цинк	1,0	9
Железо	1,0	1,8
Магний	0,1	9
Серебро	0,1	1,8
Медь	0,1	3
Кальций	1,0	3
Сурьма	1,0	13,5
Никель	1,0	1,8

Полученный образец содержит в процентах из расчета на свинец:

висмута ..... $1 \cdot 10^{-2}$
кадмия ..... $1 \cdot 10^{-3}$
индия ..... $3 \cdot 10^{-3}$
цинка ..... $3 \cdot 10^{-2}$
железа ..... $6 \cdot 10^{-3}$
магния ..... $3 \cdot 10^{-3}$
серебра ..... $6 \cdot 10^{-4}$
меди ..... $1 \cdot 10^{-3}$
кальция ..... $1 \cdot 10^{-2}$
сурьмы ..... $4{,}5 \cdot 10^{-2}$
никеля ..... $6 \cdot 10^{-3}$
алюминия ..... $6 \cdot 10^{-3}$

Образцы № 2, 3 и 4 готовят разбавлением образца № 1 в 3, 10, 30 раз сернокислым свинцом, используемым в качестве основы. Образец № 5 готовят разбавлением основой образца № 4 в три раза.

Каждый из приготовленных образцов смешивают с порошковым графитом в соотношении 5:1 (по массе). Образцы сравнения хранят в плотно закрытых баночках из полиэтилена. К полученному комплекту образцов сравнения присоединяют в отдельной баночке основу сернокислого свинца, смешанную с порошковым графитом в соотношении 5:1 (по массе), которая служит нулевым образцом.

Массовую долю примесей в основе определяют методом добавок, фотографируя спектры по рекомендуемой настоящим стандартом методике, и вводят поправку в расчетную массовую долю примесей в образцах сравнения.

Отдельную серию образцов сравнения готовят для определения массовой доли мышьяка. Для приготовления образца № 1 в кварцевую чашку помещают 43,9 г сернокислого свинца, смачивают его спиртом и вводят 3 $см^3$ стандартного раствора, содержащего 10 мг мышьяка в 1 $см^3$. Смесь высушивают, тщательно растирают и перемешивают. Образец № 1 содержит $1 \cdot 10^{-1}$ % мышьяка из расчета на свинец.

Серию рабочих образцов сравнения с уменьшающейся в три раза массовой долей мышьяка получают последовательным разбавлением каждого вновь полученного образца сернокислым свинцом.

Приготовленные образцы сравнения смешивают с угольным порошком в соотношении 5:1 и хранят в полиэтиленовых баночках с крышками.

Для определения массовой доли натрия в свинце готовят третью серию образцов сравнения на той же основе. Для приготовления первого образца отвешивают в кварцевую чашку 43,9 г сернокислого свинца, смачивают его спиртом и вводят 3 $см^3$ стандартного раствора, содержащего 1 мг натрия в 1 $см^3$. Смесь высушивают, тщательно растирают и перемешивают. Полученный образец содержит $1 \cdot 10^{-2}$ % натрия из расчета на свинец.

Серию рабочих образцов сравнения с уменьшающейся в три раза массовой долей натрия получают последовательным разбавлением каждого вновь полученного образца сернокислым свинцом. Полученные образцы хранят в баночках с крышками.

Массовую долю натрия в основе определяют методом добавок, фотографируя спектры по рекомендуемой настоящим стандартом методике, и вводят поправку в расчетную массовую долю примеси в образцах сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Химическое концентрирование примесей

Для анализа пробу свинца нарезают кусочками массой по 50—500 мг, берут две навески массой по 40 г и помещают в плоскодонные колбы вместимостью 500 $см^3$ (на колбе предварительно делают метку

на 200 см^3). Приливают 30 см^3 раствора уксусной кислоты. Интенсивно перемешивают, кислоту сливают. Навеску дважды промывают водой. Приливают 150 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:2, и свинец растворяют при нагревании. Раствор доводят до кипения, затем приливают 150 см^3 кипящей концентрированной азотной кислоты. Кислоту добавляют порциями по 30 см^3 три раза, по 20 см^3 два раза, по 10 см^3 два раза при интенсивном перемешивании. При этом выпадает осадок нитрата свинца. Содержимое колбы выпаривают до объема 200 см^3, охлаждают в воде со льдом в течение 1 ч. Раствор декантируют в другую колбу (с меткой 100 см^3). Осадок дважды промывают концентрированной азотной кислотой порциями по 15 см^3, тщательно перемешивая. После отстаивания промывной раствор декантируют в колбу с основным раствором. Растворы выпаривают до объема 100 см^3, охлаждают 20 мин, после чего сливают в предварительно взвешенный кварцевый тигель. Осадок промывают 5 см^3 концентрированной азотной кислоты. Промывной раствор сливают в тот же тигель и выпаривают до объема 5—10 см^3. Стенки тигля обмывают водой, приливая ее до полного растворения осадка. Добавляют 1 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают, подсушивают и прокаливают в муфельной печи при 550 °С в течение 30 мин.

Каждый концентрат тщательно смешивают с порошковым графитом в соотношении 5:1 (по массе).

При определении натрия концентраты проб и контрольного опыта с порошковым графитом не смешивают.

Коэффициент обогащения (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{m}{m_1 \cdot 0{,}683},$$

где m — исходная масса навески, г;

m_1 — масса концентрата, полученная после прокаливания, г;

0,683 — стехиометрический коэффициент пересчета сернокислого свинца на свинец.

Одновременно через весь ход анализа ведут контрольный опыт для внесения в результат анализа поправки на чистоту реактивов и условий опыта. Для этого в коническую колбу приливают все реактивы, необходимые для растворения свинца, осаждения и отделения нитрата (как при обогащении пробы). Содержимое колбы упаривают, переливают в кварцевую чашку, стенки колбы обмывают водой. Раствор упаривают до объема 5—10 см^3. Стенки чашки обмывают

водой. Добавляют в чашку 100—200 мг сульфата свинца, 1 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1. Затем раствор выпаривают досуха, высушивают, прокаливают и концентрат смешивают с порошковым графитом в соотношении 5:1 (по массе).

Коэффициент обогащения (K_1) контрольного опыта вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{m}{m_1 \cdot 0{,}683},$$

где m — масса навески свинца, взятая для анализа, г;

m_1 — масса навески сернокислого свинца, взятая в качестве основы для контрольного опыта, г.

Концентраты проб и контрольного опыта анализируют спектральным методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. Спектральный анализ концентрата примесей

Образцы сравнения № 5, 4, 3, 2, 1 (серия 1) и № 4, 3, 2, 1 (серия 2), концентраты проб и контрольного опыта взвешивают по 30 мг на торсионных весах (от каждого образца сравнения по три навески, а от концентратов проб и контрольного опыта по две навески), помещают в кратеры угольных электродов глубиной и диаметром 4 мм и сжигают в дуге постоянного тока силой 13 А. Экспозиция «до полного выгорания пробы» и еще плюс 10 с. Электроды предварительно обжигают в дуге постоянного тока при 12—13 А в течение 10—15 с.

Спектры фотографируют на спектрографе ИСП-28 или ИСП-30. Ширина щели спектрографа 0,010 мм. Освещение щели двухлинзовое. Используют кварцевую линзу $F = 75$ мм, которую устанавливают от источника света на расстоянии 100 мм и от щели на 316 мм. Перед щелью устанавливают трехступенчатый ослабитель, у которого ступеньку с пропускаемостью 30 % перекрывают черной бумагой.

В кассету помещают три фотопластинки: типа УФШ-3 (для области 210—250 нм), типа II и ЭС (для области 250—390 нм) и диапозитивную или типа I (для области 390—440 нм).

Спектры проб и образцов сравнения фотографируют на одной и той же пластинке не менее двух раз. На эту же пластинку фотографируют спектр свинца через девятиступенчатый ослабитель для построения характеристической кривой.

При определении натрия спектры образцов сравнения концентратов проб и контрольного опыта фотографируют на спектрографе ДФС-8 или ДФС-13 с трехлинзовой системой освещения щели через светофильтр ВС4.

Сила тока 13 А; время экспонирования до полного выгорания пробы и еще 10 с; ширина щели спектрографа 0,015 мм.

В кассету помещают фотопластинку типа «панхром».

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. На микрофотометре измеряют почернения аналитических линий $S_{л+ф}$ и фон около каждой из этих линий $S_ф$.

Фотометрируют следующие аналитические линии (длина волны в нанометрах):

висмут	Bi I 306,77
алюминий	Al I 308,22
кадмий	Cd I 228,80
индий	In I 325,61
цинк	Zn I 213,86
железо	Fe I 271,90
магний	Mg I 279,55
серебро	Ag I 328,07
медь	Cu I 324,75
кальций	Ca I 422,67
сурьма	Sb I 231,15
мышьяк	As I 234,98
никель	Ni I 305,08; Ni I 341,47
натрий	Na I 588,99

По измеренным величинам $S_{л+ф}$, $S_ф$ находят значения логарифмов интенсивности $\lg (I_л+I_ф)$ и $\lg I_ф$. При помощи таблиц логарифмов находят значения интенсивностей $(I_л+I_ф)$, $I_ф$. Значение интенсивности линии $(I_л)$ вычисляют по формуле

$$I_л=(I_л+I_ф)-I_ф.$$

Градуировочные графики строят в координатах $\lg I_л$, $\lg C$, и по ним находят содержание примеси в концентратах пробы $(C_п)$ и контрольного опыта $(C_к)$.

Концентрацию определяемой примеси в пробе вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_п}{K} - \frac{C_к}{K_1}.$$

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, полученных на одной фотопластинке.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

5.2. Расхождения результатов параллельных определений (d) и результатов двух анализов (D) при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля примеси, %	Расхождение результатов параллельных определений d, %	Расхождение результатов двух анализов D, %
$7 \cdot 10^{-8}$	$4 \cdot 10^{-8}$	$6 \cdot 10^{-8}$
$1 \cdot 10^{-7}$	$0{,}6 \cdot 10^{-7}$	$0{,}8 \cdot 10^{-7}$
$5 \cdot 10^{-7}$	$3 \cdot 10^{-7}$	$4 \cdot 10^{-7}$
$1 \cdot 10^{-6}$	$0{,}6 \cdot 10^{-6}$	$0{,}8 \cdot 10^{-6}$
$5 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-8}$
$1 \cdot 10^{-5}$	$0{,}6 \cdot 10^{-5}$	$0{,}8 \cdot 10^{-5}$
$5 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$
$1 \cdot 10^{-4}$	$0{,}4 \cdot 10^{-4}$	$0{,}6 \cdot 10^{-4}$
$5 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей примесей рассчитывают по формулам

для массовых долей от $7 \cdot 10^{-8}$ % до $1 \cdot 10^{-5}$ %:

$$d = 0{,}6\overline{C};\ D = 0{,}83\ \overline{\overline{C}},$$

для массовых долей более $1 \cdot 10^{-5}$ %:

$$d = 0{,}4\overline{C};\ D = 0{,}6\overline{\overline{C}},$$

где $\overline{C}$ — среднее арифметическое результатов параллельных определений;

$\overline{\overline{C}}$ — среднее арифметическое двух результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Л.С. Гецкин, Л.К. Ларина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10.05.77 № 1170

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 2.721—74	1а.2	ГОСТ 3760—79	Разд. 2
ГОСТ 12.0.004—90	1а.7.3	ГОСТ 4233—77	Разд. 2
ГОСТ 12.1.004—91	1а.2.1	ГОСТ 5817—77	Разд. 2
ГОСТ 12.1.005—88	1а.4	ГОСТ 6709—72	Разд. 2
ГОСТ 12.1.016—79	1а.4	ГОСТ 11125—84	Разд. 2
ГОСТ 12.2.007.0—75	1а.2	ГОСТ 14262—78	Разд. 2
ГОСТ 12.3.019—80	1а.2	ГОСТ 14919—83	Разд. 2
ГОСТ 12.4.009—83	1а.6.2	ГОСТ 18270—72	Разд. 2
ГОСТ 12.4.011—89	1а.7	ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 12.4.021—75	1а.6.1	ГОСТ 22306—77	1.1; 1.1.3
ГОСТ 1089—82	Разд. 2	ГОСТ 22861—93	1.1.1
ГОСТ 1770—74	Разд. 2	ГОСТ 23463—79	Разд. 2
ГОСТ 1973—77	Разд. 2	ГОСТ 29169—91	Разд. 2

5. **Ограничение срока действия снято** Постановлением Госстандарта от 08.04.92 № 377

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (декабрь 1996 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1983 г., июне 1987 г., апреле 1992 г. (ИУС 5—83, 9—87, 7—92)

gost.e-ecolog.ru