УДК 669.4:543.42:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Спектральный метод определения ртути

ГОСТ 22518.4—77

Lead of high purity. Spectral method for the determination of mercury

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает спектрографический метод определения массовой доли ртути в свинце высокой чистоты марок С0000, С000 и С00 от $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %.

В основу метода положен метод трех эталонов с испарением ртути из кратера угольного электрода в дуге постоянного тока.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22518.1.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 22518.1.
Разд. 1а. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

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

Генератор дуги постоянного тока, обеспечивающий напряжение 200—400 В и силу тока 30 А.

Микрофотометр любого типа, позволяющий измерять плотность почернения аналитической линии.

Станок для заточки угольных электродов.

gost.e-ecolog.ru

Электропечь вертикальная трубчатая на 300 Вт.

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

Пинцеты хромированные с наконечниками из фторопласта.

Шпатели из органического стекла.

Скальпель медицинский.

Угольные электроды диаметром 6 мм, приготовленные из углей марки С-2 или С-3, формы «рюмка» (высота головки 27 мм, глубина кратера 15 мм, диаметр кратера 4,5 мм, длина шейки 4 мм, диаметр шейки 2 мм) и контрэлектрод длиной 50 мм, заточенный с одного конца на усеченный конус.

Фотопластинки спектрографические типа I.

Парафин по ГОСТ 23683.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Свинец по ГОСТ 22861.

Тигли железные.

Проявитель метолгидрохиноновый.

Фиксаж кислый.

Образцы сравнения.

Примечание. Допускается применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектра и других спектральных приборов, других реактивов, материалов, 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 металлический свинец с массовой долей ртути менее $5 \cdot 10^{-7}$ %. Головной образец, содержащий 1 % ртути, готовят следующим образом: рассчитанную навеску ртути заворачивают в свинцовую фольгу и опускают в расплавленный свинец. Температура расплава приблизительно 350 °С. Для уменьшения окисления расплавленного свинца плавку проводят под слоем парафина. Расплав перемешивают кварцевой или графитовой палочкой в течение 10 мин и выливают в фарфоровую чашку.

Серию рабочих образцов сравнения с массовой долей ртути $1 \cdot 10^{-5}$,

$3 \cdot 10^{-5}$, $1 \cdot 10^{-4}$, $5 \cdot 10^{-4}$ % готовят методом последовательного разбавления основой путем сплавления.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску анализируемой пробы или образцов сравнения массой 1 г в виде мелких кусочков помещают в отверстие электрода «рюмка». Подготовленные электроды нагревают в вертикальной трубчатой печи в течение 20—30 с до образования расплава металла в электроде. Температура печи 350—380 °С.

4.2. По три спектра образцов сравнения и по шесть спектров пробы фотографируют на фотопластинку. Система освещения щели — двухлинзовая. Неахроматизированный конденсор $F = 75$ устанавливают от источника света на расстоянии 100 мм и от щели — на 316 мм. Время экспозиции 20 с. Дуга постоянного тока силой 15 А. На эту же фотопластинку фотографируют через девятиступенчатый ослабитель спектр железа для построения характеристической кривой.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. На полученных спектрограммах с помощью микрофотометра измеряют почернение аналитической линии ртути Hg 253,6 нм и минимальное почернение фона справа и слева от нее. Среднее из двух измерений фона принимают за истинное почернение фона. По измеренным значениям $S_{л+ф}$ и $S_ф$, пользуясь характеристической кривой, определяют логарифмы интенсивности линии и фона $\lg(I_л + I_ф)$ и логарифмы интенсивности фона $\lg I_ф$. Находят $I_л = (I_л + I_ф) - I_ф$. Графики строят в координатах $\lg I_л$, $\lg C$, где C — массовая доля ртути в образцах сравнения. По образцам сравнения находят массовую долю ртути в пробе.

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

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

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

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей ртути рассчитывают по формулам

$$d = 0{,}3\overline{C};\ D = 0{,}4\overline{\overline{C}},$$

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

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

5.1, 5.2. **(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, подпункта
ГОСТ 4658—73	Разд. 2
ГОСТ 22518.1—77	1а.1
ГОСТ 22861—93	Разд. 2
ГОСТ 23683—89	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 январе 1983 г., июне 1987 г., апреле 1992 г. (ИУС 5—83, 9—87, 7—92)**

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 22518.1—77 Свинец высокой чистоты. Химико-спектральный метод определения примесей 1
ГОСТ 22518.2—77 Свинец высокой чистоты. Спектральный метод определения *натрия*, *кальция*, *магния*, *алюминия*, *железа* и таллия 15
ГОСТ 22518.3—77 Свинец высокой чистоты. Колориметрический метод определения ртути 23
ГОСТ 22518.4—77 Свинец высокой чистоты. Спектральный метод определения ртути 28

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.В. Прокофьева*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 12.02.97. Подписано в печать 03.03.97.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,80. Тираж 164 экз. С233. Зак. 186

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru