УДК 669.4:543.42:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Спектральный метод определения натрия, кальция, магния, алюминия, железа и таллия

ГОСТ 22518.2—77

Lead of high purity. Spectral method for the determination of sodium, calcium, magnesium, aluminium, iron and tallium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения массовой доли алюминия, железа, кальция, магния, натрия и таллия в свинце высокой чистоты марок С0000, С000, С00 в интервале от $5 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %.

Метод основан на избирательном хлорировании примесей путем предварительного сплавления свинца с хлористым свинцом в кратере угольного электрода при нагревании и последующем спектральном анализе подготовленных проб.

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 дифракционный типа ДФС-8 (комплектная установка).

Микрофотометр любого типа, позволяющий измерять плотность почернения аналитических линий.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Генератор постоянного тока, позволяющий получить напряжение 200—400 В и силу тока 20 А.

Электроплитка нагревательная по ГОСТ 14919.

Станок для заточки угольных электродов.

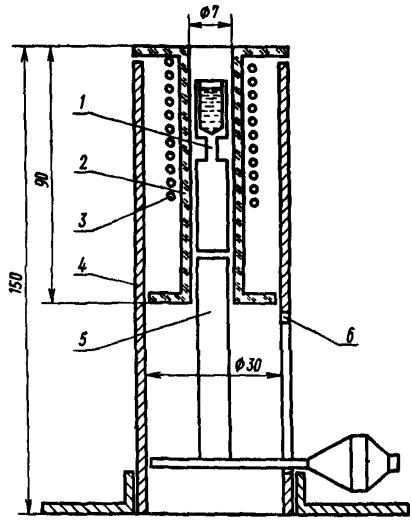
Электропечь трубчатая вертикальная на 300 Вт (см. чертеж).

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

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

Пипетки вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$ по ГОСТ 29169—91.

Стаканы кварцевые вместимостью 50, 100 и 500 $см^3$.



1 — электрод с пробой; *2* — кварцевая трубка; *3* — нагреватель на 300 Вт; *4* — корпус печи; *5* — толкатель; *6* — фиксатор

Чашки выпаривательные кварцевые вместимостью 75, 100 и 200 $см^3$.

Пинцеты хромированные с наконечниками из фторопласта.

Шпатели из органического стекла.

Подставки для электродов из нержавеющей стали и органического стекла.

Нож из титана или тантала.

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

Секундомер.

Электроды угольные особой чистоты диаметром 6 мм с кратером диаметром 4,5 мм, глубиной 10 мм и кратером диаметром 4 мм, глубиной 4 мм, а также контрэлектроды длиной 50 мм, один конец которых заточен на усеченный конус.

Фотопластинки спектрографические типов I, III или УФШ-3 и «панхром».

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

Кислота азотная по ГОСТ 11125 (при необходимости дважды перегоняют в кварцевом аппарате).

Кислота соляная по ГОСТ 14261, ос. ч.

Свинец высокой чистоты по ГОСТ 22861.

Хлористый свинец; готовят следующим образом: 15 г спектрально-чистого нитрата свинца растворяют в 150 $см^3$ дистиллированной воды. К раствору приливают 3 $см^3$ соляной кислоты. При этом выпадает хлористый свинец. Раствор декантируют. Осадок дважды промывают 30 $см^3$ дистиллированной воды и высушивают. Хлористый свинец хранят в полиэтиленовой баночке.

Нитрат свинца; готовят следующим образом: 40 г свинца марки С0000, нарезанного кусочками массой 50—500 мг, помещают в кварцевый стакан вместимостью 500 $см^3$ (на стакане предварительно делают метку на 200 $см^3$), приливают 150 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:2, и при нагревании растворяют. К горячему раствору добавляют 150 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, нагретой до кипения, порциями по 10—30 $см^3$. Полученный раствор вместе с образовавшимся осадком нитрата свинца выпаривают до объема 200 $см^3$. Стакан охлаждают в проточной воде и охлажденный раствор декантируют. Осадок дважды промывают в 30 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, после чего высушивают и нагревают на плите до прекращения выделения паров NO_2.

Раствор хлористого натрия, содержащий 0,01 мг натрия в 1 $см^3$.

Раствор хлористого кальция, содержащий 0,01 мг кальция в 1 $см^3$.

Раствор хлористого магния, содержащий 0,01 мг магния в 1 $см^3$.

Раствор хлористого алюминия, содержащий 0,01 мг алюминия в 1 $см^3$.

Раствор хлористого железа, содержащий 0,01 мг железа в 1 $см^3$.

Раствор хлористого таллия, содержащий 0,01 мг таллия в 1 $см^3$.

Перечисленные растворы готовят растворением рассчитанных количеств металлов, их окислов или хлористых солей в соляной кислоте.

Полученные растворы разбавляют водой, переносят в мерные колбы, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор 1; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отбирают пипеткой по 10 $см^3$ растворов хлористого натрия, кальция, магния, алюминия, железа, таллия и доводят до метки водой.

Раствор 2; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отбирают пипеткой 10 $см^3$ раствора 1 и доводят до метки водой.

Проявитель метолгидрохиноновый.

Фиксаж кислый.

Образцы сравнения.

Примечание. Допускается применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектра и других спектральных приборов, материалов, реактивов 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 хлористый свинец.

В кварцевую чашку вместимостью 100 $см^3$ помещают навеску хлористого свинца и вводят полученные растворы. Для приготовления образцов с массовой долей примесей $1 \cdot 10^{-5}$ и $3 \cdot 10^{-5}$ % на каждый 1 г хлористого свинца берут соответственно 1 и 3 $см^3$ раствора 2. Для приготовления образцов с массовой долей примесей $1 \cdot 10^{-4}$ и $3 \cdot 10^{-4}$ % на каждый 1 г хлористого свинца берут соответственно 1 и 3 $см^3$ раствора 1. Допускается готовить образцы сравнения, содержащие только отдельные определяемые примеси. В зависимости от чистоты анализируемого свинца допускается изменять содержание

примесей в образцах. Содержание примесей в основе определяют методом добавок и вводят поправку в расчетную массовую долю примесей. Для этого от подготовленных образцов сравнения отбирают на торсионных весах навески массой по 50 мг и помещают их в кратеры угольных электродов (размеры кратера 4 × 4 мм). Электроды предварительно обжигают вместе с угольными контрэлектродами. Спектры фотографируют, как указано в разд. 4.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Угольные электроды с размером кратера 4,5 × 10 мм предварительно обжигают в дуге постоянного тока силой 15 А в течение 30 с.

Определение примесей ведется методом добавок. От образцов сравнения отбирают на торсионных весах навески массой по 50 мг и помещают их в кратеры угольных электродов. В первую группу электродов (6 шт.) помещают спектрально-чистый хлористый свинец, во вторую группу электродов (6 шт.) образец с массовой долей примесей $1 \cdot 10^{-5}$ %, в третью — образец с массовой долей примесей $3 \cdot 10^{-5}$ %, в четвертую — образец с массовой долей примесей $1 \cdot 10^{-4}$ %. В кратер каждого электрода помещают сверху по 1 г анализируемого свинца в виде кусочков. Подготовленные электроды нагревают в вертикальной трубчатой печи (см. чертеж). Предварительно ее включают в сеть через автотрансформатор и нагревают до температуры 500—600 °С. Толкатель поднимают в верхнее положение. Электрод с пробой пинцетом устанавливают в отверстие и опускают вместе с толкателем в нижнее положение. Выдерживают 1—2 мин. Поднимают электрод вверх, убирают в подставку.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.2. Для определения кальция и магния спектры фотографируют на пластинку типа I при ширине щели спектрографа 0,01 мм. Щель освещают трехлинзовым конденсором, промежуточная диафрагма 3,2 мм.

Для определения алюминия, железа, таллия и натрия спектры фотографируют на пластинку типа III и «Панхром» (для натрия) при ширине щели спектрографа 0,02 мм. Щель спектрографа освещают двухлинзовым конденсором. Неахроматизированный конденсор $F = 75$ устанавливают от источника света на расстоянии 100 мм и от щели — на 316 мм. Время экспозиции — 30 с. Испарение пробы и

возбуждение спектра производят в дуге постоянного тока силой 15 А. На те же фотопластинки фотографируют спектр свинца через девятиступенчатый или трехступенчатый ослабитель для построения характеристической кривой пластинки.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Спектры каждой пробы и образцов сравнения фотографируют по три раза на одной пластинке. С помощью микрофотометра на полученных спектрограммах измеряют почернения линий определяемых элементов и минимальное почернение фона справа и слева от них. Среднее из двух измерений фона принимают за истинное почернение фона. Строят характеристическую кривую фотопластинки. По ней находят соответствующие измеренным почернениям значения логарифмов интенсивности $\lg(I_л + I_ф)$ и $\lg I_ф$, затем при помощи таблиц логарифмов или линейки находят $I_л + I_ф$ и $I_ф$ и вычисляют $I_л = (I_л + I_ф) - I_ф$. Градуировочные графики строят в координатах I, C, где C — массовая доля примеси в образцах сравнения в процентах. Графики продолжают до пересечения с осью абсцисс. Числовое значение полученной координаты на оси абсцисс (массовая доля примесей) уменьшают в 20 раз:

$$K = \frac{\text{масса свинца}}{\text{масса хлористого свинца}} = \frac{1{,}0\ \text{г}}{0{,}05\ \text{г}} = 20.$$

Фотометрируют следующие аналитические линии (длина волны в нанометрах):

натрий	Na I 588,99
кальций	Ca II 396,85; C I 422,67
магний	Mg I 285,21
железо	Fe I 302,0
алюминий	Al I 308,21
таллий	Tl I 276,78.

Относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее сходимость результатов параллельных определений и воспроизводимость результатов анализа, не превышает 0,1. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, полученных на двух фотопластинках.

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

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

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей примесей 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.

(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
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 6709—72	Разд. 2
ГОСТ 11125—84	Разд. 2
ГОСТ 14261—77	Разд. 2
ГОСТ 14919—83	Разд. 2
ГОСТ 22518.1—77	1.1, 1а.1
ГОСТ 22861—93	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 январе 1983 г., июне 1987 г., апреле 1992 г. (ИУС 5—83, 9—87, 7—92)**

gost.e-ecolog.ru