

Изменение № 3 ГОСТ 8857—77 Свинец. Метод спектрального анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 08.04.92 № 376

Дата введения 01.09.92

По всему тексту стандарта (разд. 2, пп. 3.4, 4.1) заменить слова: «градуировочные образцы» на «образцы сравнения», «головной образец» на «основной образец».

Вводная часть. Первый. второй абзацы после слова «хрома» дополнить словами: «и железа»;

третий абзац после слов «хром — от 0,00005 до 0,0005» дополнить абзацем: «железо — от 0,0005 до 0,006».

Пункт 1а.3. Заменить ссылку: ГОСТ 12.1.005—76 на ГОСТ 12.1.005—88.

Пункт 1а.6. 2. ГОСТ 12.1.004—85 на ГОСТ 12.1.004—90.

Пункт 1а.6.3. Заменить ссылку: СНиПП-29—76 на СНиП 2.09.04—87.

Пункт 1а.7.4. Заменить ссылку: ГОСТ 12.0.004—79 на ГОСТ 12.0.004—90.

Раздел 2. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «Спектрограф кварцевый средней дисперсии любого типа, дифракционный типа ДФС-8, дифракционный спектрограф со скрещенной дисперсией типа СТЭ-1 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем.

Источник постоянного и переменного тока на 250—300 В и 30—50 А. Генератор дуговой для поджига дуги постоянного тока высокочастотным разрядом»;

четвертый абзац. Заменить слово: «нерегистрирующий» на «любого типа, позволяющий измерять плотность почернения аналитических линий»;

восьмой абзац изложить в новой редакции: «Напильники для заточки металлических электродов. Электроды графитовые марки С-3 с размером кратера 3×3 мм и толщиной стенок 0,8—0,9 мм, электроды графитовые особой чистоты с размером кратера 4×4 мм (при определении хрома) и 3×3 мм (при определении железа), предварительно обожженные в дуге переменного или постоянного тока силой 10 А в течение 10—15 с»;

дополнить абзацами (после восьмого): «Контрэлектроды графитовые, заточенные на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5—2,0 мм.

Фотопластинки спектрографические типов 1, 2, УФС-3; «панхром», ПФС-02, ПФС-03.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849—86»;

дополнить абзацами (после последнего):

«Образцы сравнения для определения железа:

Готовят на основе оксида свинца марки СООО (ГОСТ 22861—77) следующим образом: 30—40 г свинца растворяют в 120—150 см³ раствора азотной кислоты. При выпадении белого осадка доливают воду до полного его растворения. Раствор выпаривают, осадок высушивают и прокалывают в муфельной печи при температуре 600 °С в течение 1 ч. Оксид свинца хранят в полиэтиленовой посуде.

Основной образец, содержащий 0,006 % железа в пересчете на свинец, готовят путем внесения в 16,158 г основы 0,9 см³ раствора железа, содержащего 1 мг железа в 1 см³, который готовят путем растворения 100 мг железа, восстановленного водородом, в растворе азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки. Рабочие образцы сравнения получают разбавлением основного образца в 1,5 и каждого, вновь приготовленного в 2 раза. Рекомендуемые массовые доли железа в образцах сравнения: 6·10⁻³; 4·10⁻³; 2·10⁻³; 1·10⁻³; 5·10⁻⁴ %.

Образцы сравнения, приготовленные на каждом предприятии, должны быть аттестованы как СОП в установленном порядке.

Примечание. Азотная кислота и дистиллированная вода, используемые при определении железа, должны быть дважды перегнаны».

Допускается применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектра и других спектрографических приборов и установок, других материа-

(Продолжение см. с. 30)

лов и реактивов, обеспечивающих получение показателей точности, установленных настоящим стандартом».

Пункт 3.2. Первый абзац изложить в новой редакции; дополнить абзацами: «Пробы и стандартные образцы измельчают напильником в опилки, отмагничивают и набивают в кратер нижнего угольного электрода-анода глубиной и диаметром 3 мм при определении содержания натрия, кальция, магния и цинка, глубиной 5 мм и диаметром 4 мм при определении содержания мышьяка, сурьмы и олова».

Верхний электрод — угольный стержень, заточенный на усеченный корпус с площадкой диаметром 1,5—2 мм. Источник возбуждения спектров — дуга постоянного или переменного тока силой 16 А при определении кальция, натрия, магния и цинка, дуга переменного тока силой 16 А при определении мышьяка, сурьмы и олова.

При определении мышьяка, сурьмы и олова спектры фотографируют на фотопластинки типов 2, УФС-3, ПФС-02 на спектрографе типа СТЭ-1 при определении магния, цинка — на пластинки типов 1 или ПФС-02 и при определении натрия и кальция — на пластинки типа «панхром» на спектрографе типа ИСП-30»;

второй абзац. Исключить значение: (90—105 с);

третий абзац. Заменить значения линии сравнения свинца: 218,7 на «218,7 или 224,2» (3 раза).

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.5: «3.5. Определение содержания железа»

Пробу массой 2 г растворяют в 30—40 см³ раствора азотной кислоты при нагревании. Раствор выпаривают, осадок высушивают и прокаливают в муфельной печи при температуре 600 °С в течение 30 мин.

Подготовленные пробы и образцы сравнения помещают в графитовые электроды особой чистоты с размером кратера 3×3 мм.

Спектры фотографируют на спектрографе типа ИСП-30 в дуге переменного тока силой 16 А на фотопластинки типов 1 или ПФС-02. Время экспонирования 2 мин (до полного выгорания +10 с).

Для построения градуировочного графика используют аналитические линии железа 271,9 или 302,0 нм и в качестве элемента сравнения — фон».

Пункты 4.1, 4.2, 5.1 изложить в новой редакции: «4.1. Спектры образцов сравнения (ГСО или СОП) фотографируют на каждой фотопластинке по три раза, спектры анализируемых проб по шесть раз. При помощи микрофотометра измеряют почернения аналитических линий определяемых элементов, линий сравнения и близлежащего фона (при определении массовой доли мышьяка, сурьмы, олова, железа и хрома).

Градуировочные графики строят в координатах $\Delta S - \lg c$, при определении кальция, магния, цинка, натрия, железа и хрома, где ΔS — разность почернений линий примеси и основного вещества; c — массовая доля определяемого элемента в образцах сравнения, %.

Градуировочные графики строят в координатах $\lg \frac{I_{\text{л}}}{I_{\text{рб}}} - \lg c$, при определении мышьяка, сурьмы и олова, где $I_{\text{л}} = I_{\text{л+ф}} - I_{\text{ф}}$ — интенсивность линии примеси; $I_{\text{рб}}$ — интенсивность линии сравнения.

Находят $I_{\text{л}}$ и $I_{\text{ф}}$, пользуясь характеристической кривой фотопластинки.

По известным значениям ΔS или $\lg \frac{I_{\text{л}}}{I_{\text{рб}}}$ по графику находят массовую долю определяемой примеси.

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

4.2. Максимальное расхождение результатов двух параллельных определений (d) и результатов двух анализов (D), рассчитанное с доверительной ве-

(Продолжение см. с. 31)

(Продолжение изменения к ГОСТ 8857—77)

роятностью $P=0,95$, не должно превышать значений, рассчитанных по формулам:

$d=0,14 \bar{x}$ — при определении серебра в интервале массовых долей от 0,002 до 0,004 %;

$d=0,22 \bar{x}$ — при определении меди, висмута, цинка, сурьмы, мышьяка, олова, натрия, кальция, магния, хрома, серебра и железа, где x — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений; $D=0,18 y$ — при определении серебра в интервале массовых долей от 0,002 до 0,004 %;

$D=0,28 y$ — при определении меди, висмута, цинка, сурьмы, мышьяка, олова, натрия, кальция, магния, хрома, серебра и железа; где y — среднее арифметическое двух результатов анализа.

Числовые значения допускаемых расхождений округляют до числа с одной значащей цифрой.

(Продолжение см. с. 32)

(Продолжение изменения к ГОСТ 8857—77)

Числовые значения результатов анализа должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения соответствующих допускаемых расхождений.

51. Контроль правильности выполнения анализа осуществляется по ГОСТ 25086—87 периодически не реже одного раза в месяц и каждый раз при ремонте и замене приборов, после длительных перерывов в работе, после замены образцов сравнения и других изменениях, влияющих на результат анализа»

(ИУС № 7 1992 г.)