

Изменение № 2 ГОСТ 8857—77 Свинец. Метод спектрального анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.06.87 № 2120

Дата введения 01.02.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Вводную часть после слова: «магния» дополнить словом: «хрома» (2 раза); после слов «цинк — от 0,0007 до 0,007» дополнить абзацем: «хром — от 0,00005 до 0,0005».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «1.2. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—81».

Пункт 1а.2.1. Заменить ссылку: ГОСТ 2.751—73 на ГОСТ 21130—75.

Пункт 1а.2.2 после слова «используют» дополнить словами: «азотную и черную кислоты»; после слова «свинцом» дополнить словами: «азотной и серной кислотами».

Пункт 1а.3 после слова «углерода» дополнить словами: «и окислов азота».

Пункт 1а.6.2. Заменить ссылки: ГОСТ 12.1.004—76 на ГОСТ 12.1.004—85, ГОСТ 12.4.009—75 на ГОСТ 12.4.009—83.

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрограф кварцевый средней дисперсии любого типа и дифракционный типа ДФС-8 с трехлинзовой системой освещения шели и трехступенчатым ослабителем»;

третий абзац после слова «искры» дополнить словом: «типа»;

восьмой абзац после слов «стенки 0,8—0,9 мм» дополнить словами: «и марки ОСЧ-7—3 с размером кратера 4×4 мм»;

дополнить абзацами (после восьмого): «Лампа инфракрасная для выпаривания любого типа с автотрансформатором типа ПНО-250—2.

Электроплитка по ГОСТ 14919—83.

Печь муфельная с терморегулятором до 1000 °С.

Станок для заточки угольных электродов.

Весы торсионные с погрешностью взвешивания не более 0,001 г.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80.

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 28463—79.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, раствор 1:2.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78, раствор 1:1.

Аммоний хромовокислый по ГОСТ 3774—76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 и реактивы квалификации не ниже ч. д. а.;

заменить слова: «Фиксаж кислый. Государственные стандартные образцы № 1591—79—1594—79; 1595—79—1598—79; 1599—79—1602—79» на «Фиксаж кислый

Государственные стандартные образцы № 1591—79—1594—79; 1595—79—1598—79; 1599—79—1602—79. Разрешается использовать для построения градуировочных графиков аналогичные по составу градуировочные образцы.

Градуировочные образцы для определения хрома.

Готовят на основе сульфата свинца, полученного из свинца марки СОО (ГОСТ 3778—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. Сульфат свинца осаждают постепенным добавлением 150—180 см³ раствора серной кислоты. Раствор над осадком сливают и отбрасывают. Осадок дважды промывают 100—130 см³ воды, подкисленной 1—2 см³ раствора азотной кислоты, высушивают и прокалывают в муфельной печи при температуре ~550 °С в течение 30 мин. Сернокислый свинец хранят в полиэтиленовой баночке.

Головной образец, содержащий 0,01 % хрома в расчете на свинец, готовят путем внесения в 14,637 г основы 1 см³ раствора хрома, содержащего 1 мг хрома в 1 см³, который готовят путем растворения 98,1 мг хромовокислого аммо-

(Продолжение см. с. 108)

ния в воде. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 1 см³ раствора азотной кислоты и доводят водой до метки на колбе. Рабочие градуировочные образцы получают при разбавлении основной головной в 10 и каждого вновь приготовленного образца в 2—2,5 раза. Рекомендуемые массовые доли хрома в градуировочных образцах в %: 1·10⁻³, 5·10⁻⁴, 2,5·10⁻⁴, 1·10⁻⁴, 5·10⁻⁵.

Градуировочные образцы, приготовленные по указанным методикам на каждом предприятии, должны быть аттестованы как СОП в установленном порядке»;

тринадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 3778—74 на ГОСТ 3778—77.

Пункты 3.1 (третий абзац), 3.2 (второй абзац) после слов «перед целью» дополнить словом: «призмленного».

Пункт 3.1. Пятый абзац. Заменить слово: «толщиной» на «шириной».

Пункт 3.2. Первый абзац после слов «с площадкой» дополнить словом: «диаметром».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.4: «3.4. Определение содержания хрома»

Пробу массой 1 г растворяют в 30 см³ раствора азотной кислоты при нагревании. При выпадении осадка доливают 5—10 см³ воды до полного его растворения. Затем медленно приливают 6 см³ раствора серной кислоты. Раствор над осадком выпаривают под инфракрасной лампой, высушивают на электроплитке и прокалывают в муфельной печи при температуре ~550 °С в течение 30 мин.

Подготовленные пробы и градуировочные образцы смешивают с графитовым порошком в соотношении 7:1 и помещают в угольные электроды особой чистоты с размером кратера 4×4 мм, предварительно обожженные в дуге постоянного тока силой 12 А в течение 10 с.

Спектры фотографируют на фотопластинках типа 2 на спектрографе типа ДФС-8 в первом порядке в дуге постоянного тока силой 15 А. Время экспонирования ~2 мин (до полного выгорания пробы +10 с).

Для построения градуировочного графика используют аналитическую линию хрома 302,1 нм и в качестве элемента сравнения — фон слева от линии».

Пункт 4.1 после слов «стандартных образцов» дополнить словами: «или градуировочных образцов»; после слов «линия сравнения S_{рб}» дополнить словами: «или фона при определении хрома»; после слов «основного вещества» дополнить словами: «или фона».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность между значениями двух результатов анализа не должна превышать допустимого расхождения, рассчитанного по формуле $d = 0,28 \bar{C}$, где \bar{C} — среднее арифметическое двух результатов анализа серебра, меди, висмута, цинка, сурьмы, мышьяка, олова, натрия, кальция, магния, хрома и $d = 0,14 \bar{C}$, где \bar{C} — среднее арифметическое двух результатов анализа серебра для интервала массовых долей от 0,002 до 0,004 %».

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

Числовые значения допускаемых расхождений округляют по СТ СЭВ 543—77 до числа с одной значащей цифрой.

Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Контроль правильности результатов анализа»

5.1. Контроль правильности результатов анализа свинца осуществляют периодически не реже одного раза в месяц и каждый раз при замене приборов, реактивов, градуировочных образцов и других изменениях, влияющих на результаты анализа, используя для этого Государственные стандартные образцы»;