

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 determi-
nation of sodium, calcium, magnesium, aluminium,
iron and thallium

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

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

Электроплитка нагревательная по ГОСТ 14919.

Станок для заточки угольных электродов.

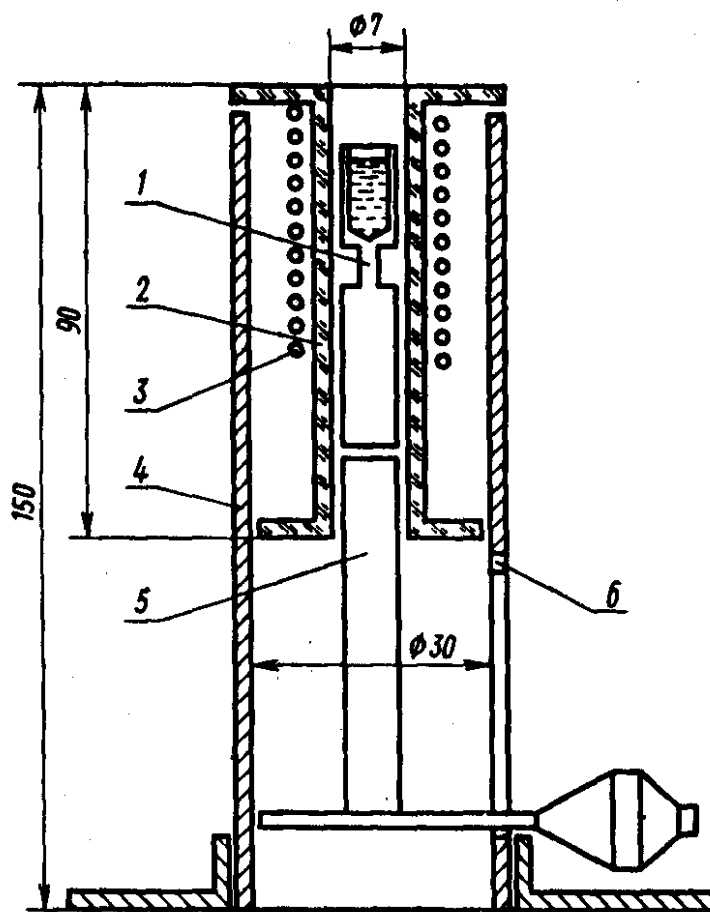
Электродпечь трубчатая вертикальная на 300 Вт (см. чертеж).

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 см³.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³ по ГОСТ 29169—91.

Стаканы кварцевые вместимостью 50, 100 и 500 см³.



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 см³.

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 см³.

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 см³ дистиллированной воды. К раствору приливают 3 см³ соляной кислоты. При этом выпадает хлористый свинец. Раствор декантируют. Осадок дважды промывают 30 см³ 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 см³ (на стакане предварительно делают метку на 200 см³), приливают 150 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:2, и при нагревании растворяют. К горячему раствору добавляют 150 см³ концентрированной азотной кислоты, нагретой до кипения, порциями по 10—30 см³. Полученный раствор вместе с образовавшимся осадком нитрата свинца выпаривают до объема 200 см³. Стакан охлаждают в проточной воде и охлажденный раствор декантируют. Осадок дважды промывают в 30 см³ концентрированной азотной кислоты, после чего высушивают и нагревают на плите до прекращения выделения паров NO₂.

Раствор хлористого натрия, содержащий 0,01 мг натрия в 1 см³.

Раствор хлористого кальция, содержащий 0,01 мг кальция в 1 см³.

Раствор хлористого магния, содержащий 0,01 мг магния в 1 см³.

Раствор хлористого алюминия, содержащий 0,01 мг алюминия в 1 см³.

Раствор хлористого железа, содержащий 0,01 мг железа в 1 см³.

Раствор хлористого таллия, содержащий 0,01 мг таллия в 1 см³.

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 см³ отбирают пипеткой по 10 см³ растворов хлористого натрия, кальция, магния, алюминия, железа, таллия и доводят до метки водой.

Раствор 2; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ 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 см³ 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 см³ 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 см³ 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 $\lg(I_{\text{л}} + I_{\text{ф}})$ и $\lg I_{\text{ф}}$, затем при помощи таблиц логарифмов или линейки находят $I_{\text{л}} + I_{\text{ф}}$ и $I_{\text{ф}}$ и вычисляют $I_{\text{л}} = (I_{\text{л}} + I_{\text{ф}}) - I_{\text{ф}}$. 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

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

где \bar{C} — среднее арифметическое результатов параллельных определений;
 $\bar{\bar{C}}$ — 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, 1a.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)