

ГОСТ Р 50279.10—92
(ИСО 6503—84)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ.
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕГО СВИНЦА.
МЕТОД ПЛАМЕННОЙ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ
СПЕКТРОМЕТРИИ

Издание официальное

БЗ 11—92, 1150

40 руб.



ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ****Методы определения содержания металлов.****Определение содержания общего свинца.****Метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии****Paints and varnishes. Test methods of metall content. Determination of total lead.****Flame atomic absorption spectrometric method****ОКСТУ 2310****ГОСТ Р****50279.10—92****(ИСО 6503—84)****Дата введения****01.07.93****1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий стандарт устанавливает метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии для определения содержания общего свинца в лакокрасочных материалах и относящихся к ним продуктах.

Метод распространяется на лакокрасочные материалы с содержанием общего свинца от 0,01 до 2 % (по массе).

Примечание. Если точность метода не превышает соответствующих величин по п. 7.2, то его можно применять для материалов с содержанием общего свинца более 2 %.

Для обработки испытуемой пробы предложены два метода; при этом в случае разногласий метод сухого озоления (разд. 4) следует применять в качестве арбитражного.

Для определения содержания свинца в испытуемом растворе может быть использован спектрофотометрический метод с применением дитизона по ГОСТ Р 50279.3.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия.

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 9980.2 Материалы лакокрасочные. Отбор проб для испытаний.

ГОСТ 20292 Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюretki, пипетки. Технические условия.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

снова определяют поглощение стандартного раствора № 4 (табл. 3) для того, чтобы подтвердить, что чувствительность прибора не изменилась. Если поглощение испытуемого раствора больше, чем стандартного с наивысшей концентрацией свинца, то испытуемый раствор следует разбавить (коэффициент разбавления F) известным объемом воды.

6.4.2.2. Если показания, полученные на испытуемом растворе, отличаются более чем на 2 % или 1 % от средней величины, то испытание по п. 6.4.2.1 следует повторить.

6.4.2.3. По поглощению, скорректированному на контрольный раствор, определяют концентрацию свинца (c) в каждом испытуемом растворе, используя калибровочный график. Если используют регистрирующее устройство, то следует списать показания прибора по содержанию свинца.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Расчет

Содержание свинца в лакокрасочном материале $a, \%$ (по массе), вычисляют по формуле

$$a = \frac{2,5 \cdot c \cdot F}{m \cdot v},$$

где c — концентрация свинца в испытуемом растворе, полученная из калибровочного графика, мкг/мл;

F — коэффициент разбавления (п. 6.4.2.1);

m — масса испытуемого образца (пп. 4.5.2 и 5.5.1), г;

v — объем аликовотной доли экстракта, взятого по пп. 4.5.5 и 5.5.4, мл.

Рассчитывают среднюю величину двух результатов.

7.2. Точность

Примечание. Приведенные ниже величины рассчитаны по общепринятой методике определения повторяемости и воспроизводимости с использованием полученных экспериментальных данных. Эти величины могут быть подвергнуты пересмотру при получении других данных.

7.2.1. Повторяемость (r)

Величина, ниже которой абсолютное различие между двумя отдельными результатами испытаний на идентичном материале, полученным одним оператором в одной лаборатории при использовании одинакового оборудования и стандартизованного метода испытания, должно составлять с вероятностью 95 %:

5 % относительно средней величины для сухого озоления по п. 4.5.4.1;

10 % относительно средней величины для сухого озоления с экстрагированием сурьмы по п. 4.5.4.2;

5 % относительно средней величины для мокрого окисления по п. 5.5.2.1 (см. примечание 2 к п. 7.2.2).

7.2.2. Воспроизводимость (*R*)

Величина, ниже которой абсолютное различие между двумя отдельными результатами испытания на идентичном материале, полученными операторами в различных лабораториях при использовании стандартизованного метода испытания, должно составлять в пределах 95 % вероятности:

15 % относительно средней величины для сухого озоления по п. 4.5.4.1;

30 % относительно средней величины для сухого озоления с экстрагированием сурьмы по п. 4.5.4.2;

15 % относительно средней величины для мокрого окисления по п. 5.5.2.1.

Примечания:

1. Данные по точности, представленные для метода мокрого окисления по п. 5.5.2.1 (метод А), основаны на одном образце ЛКМ.

2. Данные для метода мокрого окисления по п. 5.5.2.2 (метод Б), отсутствуют.

8. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать:

а) тип и наименование испытуемого материала;

б) ссылку на настоящий стандарт;

в) метод, используемый для экстрагирования свинца из испытуемого материала (сухое озоление или мокрое окисление); если был использован метод мокрого окисления, указывают используемый процесс разложения (метод А или Б);

г) любая предварительная обработка в соответствии с п. 4.5.2;

д) результат испытания;

е) любое отклонение от указанного метода;

ж) дату испытания.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 195 (Материалы лакокрасочные»**
- УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 16.09.92 № 1190.**

Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 6503—84 «Лаки и краски. Определение общей массовой доли свинца. Метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии»

3. ВВЕДЕН ВЗАМЕН

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение отечественного нормативно-технического документа	Обозначение соответствующего стандарта	Раздел, подраздел, пункт
ГОСТ 1770—74	ИСО 1042—83	6.3.4
ГОСТ 6709—72	ИСО 3696—87	4.2, 5.2, 6.2
ГОСТ 9980.2—86	ИСО 1512—74, ИСО 1513—80	4.4, 5.4
ГОСТ 20292—74	ИСО 385—1—84	6.3.3
ГОСТ Р 50279.3—92	ИСО 3856—1—84	Разд. 1

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *А. В. Прокофьева*

Сдано в наб. 21.12.92 Подп. в печ. 15.02.93 Усл. л. 1,0. Усл. кр.-отт. 1,0. Уч.-изд. л. 0,80.
Тираж 279 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Коломенский пер., 14
Тип. «Московский печатник», Москва, Ллана пер., 6. Зак. 1785

ГОСТ Р 50279.3. Материалы лакокрасочные. Методы определения содержания металлов. Определение содержания «растворенного» свинца. Метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии и спектрофотометрический метод с использованием дигизона.

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Разложение испытуемой пробы проводят или методом сухого озоления (разд. 4), или методом мокрого окисления (разд. 5) и определяют свинец методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии.

4. МЕТОД СУХОГО ОЗОЛЕНИЯ

4.1. Сущность метода

Испытуемый образец испаряют до сухого состояния и проводят озоление при 475°C для удаления всех органических веществ. Экстрагируют свинец из остатка соляной кислоты.

4.2. Реактивы

Для испытаний следует пользоваться только реактивами известной аналитической квалификации и водой по ГОСТ 6709.

4.2.1. Натрия карбонат безводный.

4.2.2. Магния карбонат.

4.2.3. Сера.

4.2.4. Парабен жидкий.

4.2.5. Натрия сульфид, раствор, 10 г/л.

4.2.6. Кислота соляная, раствор, приблизительно 180 г/л.

450 мл 36 %-ного (по массе) раствора соляной кислоты, $\rho \approx 1,18$ г/мл, добавляют в приблизительно равное количество воды и разбавляют до 1000 мл.

4.2.7. Кислота соляная, раствор, приблизительно 18 г/л.

100 мл соляной кислоты добавляют в воду и разбавляют до 1000 мл.

4.2.8. Кислота азотная, приблизительно 315 г/л.

1 объем 65 %-ного (по массе) раствора азотной кислоты, $\rho \approx 1,40$ г/мл, добавляют к 2 объемам воды.

4.2.9. Свинец, стандартный раствор, содержащий 1 г Pb на литр, готовят одним из методов:

а) переливают содержимое ампулы стандартного раствора свинца, включающее точно 1 г Pb, в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл, содержащую некоторое количество воды и 30 мл азотной кислоты, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают;

б) взвешивают с погрешностью не более 1 мг 1,598 г нитрата свинца Pb(NO₃)₂ (предварительно высушенного в течение 2 ч при

температурае 105°C), растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 мл с одной меткой, добавляют 30 мл азотной кислоты, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

1 мл этого стандартного раствора содержит 1 мг Pb.

4.2.10. Свинец, стандартный раствор, содержащий 100 мг Pb на 1 л.

Раствор готовят в день применения.

Переносят пипеткой 10 мл стандартного раствора в мерную колбу вместимостью 100 мл с одной меткой, доводят до метки соляной кислотой и тщательно перемешивают.

1 мл этого стандартного раствора содержит 100 мкг Pb.

4.3. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также,

4.3.1. Тигли из кремнезема, предпочтительно новые.

4.3.2. Печь муфельная, поддерживающая температуру (475±25) °C.

4.3.3. Плитка нагревательная с терморегулятором.

4.4. Отбор проб

Представительный образец испытуемого материала отбирают и подготавливают по ГОСТ 9980.2.

4.5. Проведение испытания

4.5.1. Предварительные испытания

Если состав испытуемого материала неизвестен, проводят качественные испытания на присутствие нитрата целлюлозы и сурьмы. Если результаты этих испытаний не подтверждают отсутствие нитрата целлюлозы и сурьмы, проводят все испытание.

4.5.2. Испытуемый образец

Испытание проводят дважды. Образец тщательно перемешивают и немедленно переносят около 5 г во взвешенный тигель из кремнезема. Испытуемый образец взвешивают с погрешностью не более 10 мг.

Если материал содержит нитрат целлюлозы, то испытуемую часть смешивают с 2 г жидкого парафина в тигле.

4.5.3. Озоление

Тигель с содержимым помещают на нагревательную плитку и ставят в вытяжной шкаф. Постепенно поднимают температуру плитки для удаления всех летучих растворителей.

2 г карбоната магния распределяют по содержимому тигля и в течение 10 мин вводят тигель в муфельную печь при 350°C. Повышают температуру печи до (475±25) °C в течение 60 мин и выдерживают при этой температуре до завершения озоления. Обеспечивают доступ воздуха для окисления.

Необходимо следить за тем, чтобы материал в тигле не воспламенился.

4.5.4. Экстрагирование

4.5.4.1. Если материал не содержит сурьмы, то испытание проводят следующим образом.

Охлаждают тигель и золу, затем их помещают в химический стакан вместимостью 250 мл. Добавляют 100 мл раствора соляной кислоты и кипятят на слабом огне на нагревательной плитке в течение 15 мин, а затем выпаривают в течение 15 мин.

Фильтруют горячую смесь декантацией через тонкий бумажный фильтр в химический стакан вместимостью 250 мл. Промывают фильтр и осадок горячей водой, собирая промывные воды в стакан. Охлаждают стакан и помещают фильтрат и промывные воды в мерную колбу с одной меткой вместимостью 250 мл. Разбавляют раствор водой до метки и тщательно перемешивают.

4.5.4.2. Если материал содержит сурьму, то испытание проводят следующим образом.

Перетирают золу до тонкого порошка, помещают ее в тот же тигель приблизительно с 10 г смеси равного количества карбоната натрия и серы. Закрывают тигель и нагревают на среднем огне до исчезновения запаха диоксида серы (1--2 ч).

Охлаждают тигель и выпаривают содержимое с небольшим количеством горячей воды до тех пор, пока расплав полностью не разложится. Осадок отфильтровывают, помещая на фильтровальную бумагу с раствором сульфида натрия. Удаляют фильтрат. Переносят фильтровальную бумагу и осадок в химический стакан вместимостью 250 мл. Добавляют 15 мл раствора азотной кислоты и кипятят на медленном огне в течение 15 мин. Добавляют 100 мл раствора соляной кислоты и нагревают на плитке в течение 30 мин. Отфильтровывают в горячем состоянии через тонкую фильтровальную бумагу в химический стакан вместимостью 250 мл. Промывают бумагу и осадок горячей водой, собирая промывные воды в стакан. Охлаждают стакан и переносят фильтрат и промывные воды в мерную колбу с одной меткой вместимостью 250 мл. Доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

4.5.5. Приготовление испытуемых растворов

Из каждого экстрагируемого раствора отбирают аликовотную долю в зависимости от ожидаемого содержания свинца в образце в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Ожидаемое содержание свинца, % (по массе)	Аликовотная доля, мл
Менее 0,4	25
0,4—1	10
1—2	5

Примечание. Если содержание свинца выше 2 % (по массе), то следует брать соответствующую аликовотную долю.

Помещают каждую аликовотную долю в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл и, если взята аликовотная доля 5 или 10 мл, добавляют 10 мл соляной кислоты. Разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

4.5.6. Приготовление контрольного раствора

Повторяют процедуру, приведенную в пп. 4.5.3, 4.5.4.1 или 4.5.4.2 и 4.5.5, исключая испытуемый образец.

5. МЕТОД МОКРОГО ОКИСЛЕНИЯ

5.1. Сущность метода

Проводят мокрое окисление испытуемой пробы смесью серной кислоты и перекиси водорода в химическом стакане (метод А) или смесью серной и азотной кислот в колбе Кельдаля (метод Б) для удаления всех органических веществ. Далее нагревают до удаления избытка серной кислоты и экстрагируют любое содержание свинца (в форме сульфата свинца) из осадка с помощью ЕДТА (этилендиаминтетрауксусная кислота) и раствора аммиака.

Примечание. Присутствие сурьмы или нитроцеллюлозы в образце не влияет на результаты испытания.

5.2. Реактивы

Во время проведения испытаний следует пользоваться реактивами только известной аналитической квалификации и водой по ГОСТ 6709.

5.2.1. Кислота серная, раствор, 96 % (по массе), $\rho \approx 1,84$ г/мл.

5.2.2. Водорода перекись, раствор, приблизительно 30 % (по массе), или, при тщательном соблюдении мер предосторожности, приблизительно 50 %-ный раствор (по массе).

5.2.3. Кислота азотная, раствор, приблизительно 65 % (по массе), $\rho \approx 1,48$ г/мл.

5.2.4. Кислота азотная, раствор, приблизительно 315 г/л.

1 объем раствора азотной кислоты добавляют в 2 объема воды.

5.2.5. Раствор аммиака, приблизительно 85 г NH_3 на литр раствора.

380 мл концентрированного раствора аммиака [25 %-ного (по массе)] разбавляют водой до 1000 мл.

5.2.6. ЕДТА (кислота этилендиаминтетрауксусная, соль двунатриевая), раствор 37 г/л.

5.2.7. Свинец, стандартный раствор, содержащий 1 г Pb на 1 л, готовят одним из способов:

а) переливают содержимое ампулы со стандартным раствором свинца, содержащим точно 1 г Pb , в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл, с небольшим количеством воды и

30 мл азотной кислоты, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают;

б) взвешивают с погрешностью не более 1 мг 1,598 г нитрата свинца $Pb(NO_3)_2$ (предварительно высушенного в течение 2 ч при температуре 105°C), растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 мл с одной меткой, добавляют 30 мл азотной кислоты, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

1 мл этого стандартного раствора содержит 1 мг Pb.

5.2.8. Свинец, стандартный раствор, содержащий 100 мг Pb на 1 л.

Раствор готовят в день испытаний. 10 мл раствора азотной кислоты приливают пипеткой в 10 мл стандартного раствора свинца в мерной колбе с одной меткой вместимостью 100 мл, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

1 мл этого стандартного раствора содержит 100 мкг Pb.

5.3. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также

5.3.1. Плитка нагревательная с терморегулятором.

5.4. Отбор проб

Представительный образец испытуемого материала отбирают по ГОСТ 9980.2.

Подготавливают образцы для испытания по ГОСТ 9980.2.

5.5. Проведение испытания

5.5.1. Испытуемый образец

Испытание проводят дважды. Тщательно перемешивают образец и сразу переливают около 0,5 г в химический стакан вместимостью 400 мл (метод А) или в колбу Кельдаля (метод Б) вместимостью 250 мл. Взвешивают испытуемый образец с погрешностью не более 1 мг.

5.5.2. Разложение испытуемой пробы

5.5.2.1. Метод А

Стакан с содержимым помещают на нагревательную плитку в вытяжной шкаф и медленно нагревают для удаления всех летучих растворителей. Добавляют около 5 мл серной кислоты, затем, накрыв химический стакан часовым стеклом, нагревают в течение 15 мин при более высокой температуре для разложения и карбонизации органических веществ. Продолжают нагревание до тех пор, пока белые пары не будут выделяться.

Снимают химический стакан с плитки и охлаждают в течение 10 мин. Пипеткой вместимостью 5 мл медленно добавляют четыре порции по 5 мл раствора перекиси водорода, чтобы после очередной добавки реакция проходила до конца.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Из-за возможности разбрзгивания стакан необходимо держать накрытым в периоды между добавлением раствора перекиси водорода.

Снова нагревают в течение 10 мин и охлаждают в течение 5 мин. Затем добавляют две порции по 5 мл раствора перекиси водорода, нагревают около 5 мин, охлаждают 5 мин, и, наконец, добавляют еще одну порцию 5 мл раствора перекиси водорода. Снова нагревают для разложения оставшейся перекиси водорода. Снимают часовое стекло и тщательно промывают водой содержимое стакана, собирают промывные воды в стакан. Нагревают стакан до полного удаления паров серы и выпаривания раствора почти досуха. Снимают стакан с плитки и охлаждают.

5.5.2.2. Метод Б

Медленно нагревают колбу Кельдаля и ее содержимое на горелке Бунзена для удаления всех летучих растворителей. Добавляют около 5 мл серной кислоты и нагревают в течение 10 мин для разложения и карбонизации органических веществ. Охлаждают в течение 10 мин. Медленно добавляют пипеткой вместимостью 5 мл четыре порции азотной кислоты по 5 мл, доводя реакцию до конца после каждого добавления кислоты.

Нагревают снова в течение 10 мин и охлаждают в течение 5 мин. Добавляют две порции по 5 мл раствора азотной кислоты и нагревают 5 мин. Охлаждают в течение 5 мин и, наконец, добавляют одну часть раствора азотной кислоты в количестве 5 мл. Нагревают до разложения всей азотной кислоты, пока не перестанут выделяться обильные белые пары и раствор не испарится почти досуха. Затем охлаждают. Если на конечной стадии происходит обугливание, то осторожно добавляют еще одну порцию азотной кислоты и повторяют процесс нагревания, разложения и охлаждения снова.

5.5.3. Экстрагирование

50 мл ЕДТА, 10 мл раствора аммиака и 50 мл воды добавляют в химический стакан (метод А) или колбу Кельдаля (метод Б). Кипятят на медленном огне около 15 мин, охлаждают и отфильтровывают, в случае необходимости, декантацией через фильтровальную бумагу средней плотности в мерную колбу с одной меткой вместимостью 250 мл. Промывают бумагу и осадок водой, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

5.5.4. Подготовка испытуемых растворов

Из каждого раствора экстракта отбирают аликовотную долю, объем которой зависит от ожидаемого содержания свинца в образце в соответствии с табл. 2.

Помещают аликовотную долю в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Ожидаемое содержание свинца, % (по массе)	Аликвотная доля, мл
Менее 0,5	100 (неразбавленное)
0,5—1	75
1—2	50

Примечание. Если содержание свинца больше 2 %, следует брать соответствующую аликвотную долю.

5.5.5. Приготовление контрольного раствора

Повторяют процедуру, приведенную в пп. 5.5.2.1 (метод А) или пп. 5.5.2.2 (метод Б); пп. 5.5.3 и 5.5.4, исключая испытуемый образец.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6.1. Сущность метода

Проводят всасывание испытуемого раствора в пламя ацетилена и воздуха, затем измеряют поглощение выбранной спектральной линии испускаемой свинцовом лампой с полым катодом или свинцовой газоразрядной лампой в диапазоне 283,3 нм.

6.2. Реактивы и материалы

Во время испытаний следует пользоваться только реактивами известной аналитической квалификации и водой по ГОСТ 6709.

6.2.1. Ацетилен, технический, в стальном баллоне.

6.2.2. Воздух сжатый

6.3. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также

6.3.1. Спектрометр пламенный, атомно-абсорбционный, пригодный для измерения при длине волн 283,3 нм, снабженный горелкой, работающей на воздушно-ацетиленовом пламени.

6.3.2. Лампа свинцовая с полым катодом или разрядная.

6.3.3. Бюретка вместимостью 50 мл по ГОСТ 20292.

6.3.4. Колба мерная с одной меткой вместимостью 100 мл по ГОСТ 1770.

6.4. Методика проведения испытания

6.4.1. Построение калибровочного графика

Строят калибровочный график как описано ниже, или используют метод инструментальной калибровки с эквивалентной точностью.

6.4.1.1. Приготовление стандартных калибровочных растворов

С помощью бюретки вводят в каждую из шести мерных колб с одной меткой вместимостью 100 мл соответствующие объемы

стандартных растворов свинца (п. 4.2.10 или 5.2.8), приведенные в табл. 3. Добавляют по 10 мл раствора соляной кислоты, добавляют каждый до метки водой и тщательно перемешивают.

Растворы готовят в день применения.

Таблица 3

Номер стандартного калибровочного раствора	Объем стандартного раствора свинца (п. 4.2.10 или 5.2.8), мл	Соответствующая концентрация Pb в стандартном калибровочном растворе, мкг/мл
0*	0	0
1	2	2
2	5	5
3	10	10
4	20	20
5	30	30

* Контрольный раствор.

6.4.1.2. Спектрометрические измерения

Свинцовую лампу с полым катодом устанавливают в спектрометр и оптимизируют условия для определения свинца. Настраивают прибор в соответствии с инструкцией изготовителя и монохроматор в области 283,3 нм для максимального поглощения.

Регулируют поток ацетилена и воздуха в соответствии с характеристиками горелки и зажигают пламя. Устанавливают развертку шкалы, если таковая имеется, так, чтобы стандартный раствор № 5 (табл. 3) давал почти полное отклонение шкалы.

Всасывают в пламя каждый из стандартных калибровочных растворов (п. 6.4.1.1) по возрастающей степени концентрации и повторяют испытание с раствором № 4 для того, чтобы убедиться в стабильности работы прибора. После каждого измерения воду всасывают через горелку, следя за тем, чтобы скорость всасывания была постоянной.

6.4.1.3. Построение калибровочного графика

Строят график, откладывая на оси абсцисс массу Pb в микрограммах, содержащуюся в 1 мл стандартного калибровочного раствора, а на оси ординат — соответствующие величины поглощений с поправкой на поглощение контрольного испытуемого раствора.

6.4.2. Проведение испытания

6.4.2.1. Измеряют сначала поглощение калибровочного испытуемого раствора (пп. 4.5.6 или 5.5.5) в спектрометре (п. 6.3.1) после настройки его в соответствии с п. 6.4.1.2. Затем измеряют поглощение каждого испытуемого раствора (пп. 4.5.5 или 5.5.4) три раза, а после этого снова контрольного раствора. Наконец