



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

# СВИНЕЦ

МЕТОД СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 8857—77

Издание официальное

БЗ 9—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

## СВИНЕЦ

Метод спектрального анализа

ГОСТ  
8857—77

Lead. Method of spectral analysis

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт распространяется на свинец марок СО, С1С, С1, С2С, С2, С3 по ГОСТ 3778 и устанавливает спектрографический метод определения содержания примесей: серебра, меди, висмута, сурьмы, мышьяка, олова, цинка, натрия, кальция, магния, хрома и железа.

Метод основан на возбуждении и фотографической регистрации эмиссионных спектров проб и стандартных образцов с последующим определением содержания примесей по градуировочному графику. При определении содержания серебра, висмута, меди используют искровое возбуждение спектров, а при определении содержания мышьяка, сурьмы, олова, цинка, натрия, кальция, магния, хрома, железа — дуговое возбуждение, испаряя пробу из кратера угольного электрода.

Спектрографический метод позволяет определять следующие содержания примесей в свинце, %:

висмут — от 0,002 до 0,07;

медь — от 0,0004 до 0,0025;

серебро — от 0,0002 до 0,0025;

натрий, кальций и магний — от 0,0002 до 0,03;

сурьма, мышьяк и олово — от 0,0004 до 0,0075;

цинк — от 0,0007 до 0,007;

хром — от 0,00005 до 0,0005;

железо — от 0,0005 до 0,006.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

Издание официальное

Перепечатка воспроизведена

© Издательство стандартов, 1977  
© ИПК Издательство стандартов, 1997  
Переиздание с изменениями

Градуировочные графики строят в координатах  $\lg \frac{I_n}{I_{pb}} - \lg c$ , при определении мышьяка, сурьмы и олова, где  $I_n = I_{n+\phi} - I_\phi$  — интенсивность линии примеси;  $I_{pb}$  — интенсивность линии сравнения.

Находят  $I_n$  и  $I_\phi$ , пользуясь характеристической кривой фотопластинки.

По известным значениям  $\Delta S$  или  $\lg \frac{I_n}{I_{pb}}$  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 вероятностью  $P = 0,95$ , 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  $\bar{x}$  — 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.

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

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

## 5. КОНТРОЛЬ ПРАВИЛЬНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

5.1. Контроль правильности выполнения анализа осуществляется по ГОСТ 25086 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.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

Л.С. Гецкий, Л.А. Копылова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11.01.77 № 60

3. ВЗАМЕН ГОСТ 8857—66

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.0.004—90	1а.7.4
ГОСТ 12.1.004—91	1а.6.2
ГОСТ 12.1.005—88	1а.3; 1а.4
ГОСТ 12.1.007—76	1а.4
ГОСТ 12.1.018—93	1а.2.1
ГОСТ 12.1.019—79	1а.3
ГОСТ 12.2.007.0—75	1а.2.1
ГОСТ 12.3.019—80	1а.2
ГОСТ 12.4.009—83	1а.6.2
ГОСТ 12.4.021—75	1а.2.4; 1а.6.1
ГОСТ 195—77	2
ГОСТ 3774—76	2
ГОСТ 3778—77	Вводная часть, 1.1
ГОСТ 4143—78	2
ГОСТ 4160—74	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 9849—86	2
ГОСТ 11125—84	2
ГОСТ 14262—78	2
ГОСТ 14919—83	2
ГОСТ 19627—74	2
ГОСТ 21130—75	1а.2.1
ГОСТ 22861—93	2
ГОСТ 23463—79	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25086—87	1.2, 5.1
ГОСТ 25664—83	2

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 08.04.92 № 376
6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (октябрь 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)

Редактор *Т.А. Леонова*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *В.И. Кануркина*  
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 30.12.96. Подписано в печать 23.01.97.  
Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л.0,80. Тираж 193 экз. С/Д 2189. Зак. 268.

---

ИПК Издательство стандартов  
107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"  
Москва, Лялин пер., 6

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Анализ проводят на пробах, отобранных и подготовленных по ГОСТ 3778 со следующим дополнением: отобранную стружку переплавляют в предварительно разогретых тиглях при 350—400 °С и отливают в изложницу в виде электродов цилиндрической формы диаметром 6—10 мм, длиной 50—100 мм.

1.2. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086.  
**(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

### 1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. При анализе свинца все работы в лаборатории спектрального анализа должны проводиться с приборами и на электроустановках, соответствующих правилам устройства электроустановок, утвержденным Госэнергонадзором.

Пробы свинца, поступившего на анализ, следует хранить в пакетах из плотной бумаги в шкафу или боксе, оборудованном вентиляцией.

1а.2. При использовании и эксплуатации электроприборов и электроустановок в процессе спектрального анализа необходимо соблюдать правила технической эксплуатации электроустановок потребителей и правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденные Госэнергонадзором, а также требования ГОСТ 12.3.019.

1а.2.1. Все приборы должны быть снабжены устройствами для заземления, соответствующими ГОСТ 12.2.007.0 и обозначенными по ГОСТ 21130. Заземление должно быть сделано в соответствии с правилами устройства электроустановок, утвержденными Госэнергонадзором, и ГОСТ 12.1.018.

1а.2.2. При анализе свинца используют азотную и серную кислоты, угольные электроды, при изготовлении которых образуется углеродсодержащая пыль. При работе со свинцом, азотной и серной кислотами и угольными электродами следует соблюдать требования безопасности, изложенные в нормативно-технической документации на их изготовление и применение, утвержденной в установленном порядке.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1а.2.3. При выполнении анализов необходимо соблюдать основные правила безопасной работы в химических лабораториях.

1а.2.4. Подготовка проб к анализу должна проводиться в боксах, оборудованных местной вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

1а.3. Для предотвращения попадания в воздух рабочей зоны свин-

ца, озона, углерода и окислов азота в количествах, превышающих предельно допустимые концентрации по ГОСТ 12.1.005, для защиты от электромагнитных излучений и ожога ультрафиолетовыми лучами каждый источник возбуждения необходимо помещать в приспособление, оборудованное местной вытяжной вентиляцией и защитным экраном по ГОСТ 12.1.019.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1а.3.1. Станок, используемый для заточки угольных электродов, должен иметь встроенный пылеприемник вытяжной вентиляции для предотвращения попадания углеродсодержащей пыли в воздушное пространство в количествах, превышающих предельно допустимые концентрации.

1а.4. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны — по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.1.005.

Анализ проб воздуха на содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны проводят по методикам на методы определения вредных веществ в воздухе рабочей зоны, утвержденным Минздравом СССР.

1а.5. Пробы свинца, оставшиеся от анализа, должны возвращаться изготовителю (заказчику). С целью охраны окружающей среды утилизацию, обезвреживание и уничтожение вредных веществ — отходов от выполнения анализов необходимо проводить в соответствии с нормативно-технической документацией, утвержденной в установленном порядке и согласованной с санитарно-эпидемиологической службой Минздрава СССР.

1а.6. Помещения лаборатории спектрального анализа и их освещение должны соответствовать СН—245—71 и СНиП П—4—79.

1а.6.1. Лаборатория спектрального анализа должна иметь общеобменную приточно-вытяжную вентиляцию — по ГОСТ 12.4.021.

1а.6.2. Для обеспечения пожарной безопасности необходимо выполнять требования ГОСТ 12.1.004. Помещения лаборатории должны быть оснащены средствами огнетушения и пожарной техникой по ГОСТ 12.4.009.

1а.6.3. При анализе свинца лаборатория спектрального анализа должна быть обеспечена специальными бытовыми помещениями и устройствами согласно СНиП 2.09.04—87 (по группе Ша производственных процессов).

1а.7. Все работы по проведению анализов необходимо выполнять в сухой исправной спецодежде, используя средства защиты (перчатки резиновые, респиратор, защитные очки) согласно типовым отраслевым нормам бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений рабочим и служащим предприятий



цветной металлургии. Спецодежду необходимо хранить в шкафах, отдельно от личной одежды, еженедельно сдавая ее в стирку. Не допускается выносить спецодежду, а также находиться в ней за пределами рабочего помещения.

1а.7.1. Удалять свинец с рук и других загрязненных участков тела следует перед мытьем раствором 1 %-ной уксусной кислоты.

1а.7.2. Работающие в спектральных лабораториях должны быть обеспечены лечебно-профилактическим питанием согласно правилам бесплатной выдачи молока или других равноценных продуктов рабочим и служащим, занятым в производствах, цехах, на участках и других подразделениях с вредными условиями труда.

1а.7.3. К работе в спектральных лабораториях должны допускаться лица, обученные основным приемам работы с приборами и на электроустановках и методам анализа согласно правилам техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденным Госэнергонадзором.

1а.7.4. Вновь поступившие на работу, а также работающие должны проходить: предварительные и периодические медицинские осмотры согласно указаниям Минздрава СССР; предварительное обучение методам работы с вредными веществами и правилам обращения с защитными средствами; инструктаж по технике безопасности с соответствующим оформлением в установленном порядке по ГОСТ 12.0.004.

Разд. 1а. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

## 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

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.

Генератор искры типа ИГ-3.

Микрофотометр любого типа, позволяющий измерять плотность почернения аналитических линий.

Печь для сплавления свинцовой стружки.

Тигли шамотные, графитовые или графитно-шамотные.

Изложница для отливки электродов цилиндрической формы, диаметром 6—10 мм, длиной 50—100 мм.

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.

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.  
Лампа инфракрасная для выпаривания любого типа с автотрансформатором типа ПНО-250—2.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

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.

Графит порошок особой чистоты по ГОСТ 23463.

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

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

Аммоний хромовокислый по ГОСТ 3774.

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

Проявитель метолгидрохиноновый, состоящий из двух растворов, которые перед проявлением смешивают в соотношении 1:2.

#### Раствор 1

вода дистиллированная по ГОСТ 6709	1 дм <sup>3</sup>
калий углекислый (поташ) по ГОСТ 4143	60 г

#### Раствор 2

вода дистиллированная по ГОСТ 6709	2 дм <sup>3</sup>
метол по ГОСТ 25664	6 г
гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627	15 г
натрий сернистокислый (сульфит натрия) безводный по ГОСТ 195	90 г
калий бромистый по ГОСТ 4160	6 г

#### 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 образцы сравнения.

Образцы сравнения для определения хрома.

Готовят на основе сульфата свинца, полученного из свинца марки С00 (ГОСТ 22861) следующим образом: 30—40 г свинца растворяют в 120—150 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты. При выпадении белого осадка доливают воду до полного его растворения. Сульфат свинца осаждают постепенным добавлением 150—180 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты. Раствор над осадком сливают и отбрасывают. Осадок дважды промывают 100—130 см<sup>3</sup> воды, подкисленной 1—2 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, высушивают и прокалывают в муфельной печи при температуре ~550 °С в течение 30 мин. Сернистый свинец хранят в полиэтиленовой баночке.

Основной образец, содержащий 0,01 % хрома в расчете на свинец, готовят путем внесения в 14,637 г основы 1 см<sup>3</sup> раствора хрома, содержащего 1 мг хрома в 1 см<sup>3</sup>, который готовят путем растворения 98,1 мг хромовокислого аммония в воде. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и доводят водой до метки на колбе.

Рабочие образцы сравнения получают при разбавлении основной образцом в 10 раз и каждого вновь приготовленного образца в 2—2,5 раза. Рекомендуемые массовые доли хрома в образцах сравнения:  $1 \cdot 10^{-3}$ ;  $5 \cdot 10^{-4}$ ;  $2,5 \cdot 10^{-4}$ ;  $1 \cdot 10^{-4}$ ;  $5 \cdot 10^{-5}$  %.

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

Образцы сравнения: основой для приготовления образцов сравнения служит свинец марки С00 по ГОСТ 22861, чистый по определяемым элементам. Примеси и лигатурные сплавы вводят в виде металлов. Лигатурные сплавы и образцы сравнения плавят в тиглях при температуре 500—600 °С.

Методом последовательного разбавления каждого вновь сплавленного образца основой готовят три серии образцов сравнения:

- для определения содержания висмута, серебра и меди;
- для определения содержания натрия, кальция и магния;
- для определения содержания сурьмы, мышьяка, олова и цинка.

Каждый расплав тщательно перемешивают и выливают в изложницу.

Для проведения анализа и приготовления растворов реактивов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709 и реактивы квалификации не ниже ч.д.а.

Образцы сравнения для определения железа.

Готовят на основе оксида свинца марки С000 (ГОСТ 22861) следующим образом: 30—40 г свинца растворяют в 120—150 см<sup>3</sup> раство-

ра азотной кислоты. При выпадении белого осадка доливают воду до полного его растворения. Раствор выпаривают, осадок высушивают и прокаливают 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 см<sup>3</sup> раствора железа, содержащего 1 мг железа в 1 см<sup>3</sup>, который готовят путем растворения 100 мг железа, восстановленного водородом, в растворе азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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:  $6 \cdot 10^{-3}$ ;  $4 \cdot 10^{-3}$ ;  $2 \cdot 10^{-3}$ ;  $1 \cdot 10^{-3}$ ;  $5 \cdot 10^{-4}$  %.

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 материалов и реактивов, обеспечивающих получение показателей точности, установленных настоящим стандартом.

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

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Определение содержания висмута, серебра и меди

В качестве источников возбуждения используют искровой генератор ИГ-3, включенный по сложной схеме.

Сила тока в первичной цепи трансформатора 2 А, вспомогательный искровой промежуток 3 мм, аналитический промежуток 2,5 мм, самоиндукция 0,55 мГн, емкость 0,01 мкФ.

Спектры фотографируют на фотопластинки «спектрографические» типа 2 через трехступенчатый ослабитель, установленный перед щелью призматического спектрографа.

Для анализа используют следующие линии, нм:

Линия примеси	Линия сравнения
серебро 328,0	свинец 311,8
медь 324,7	• 322,0
висмут 306,7	• 311,8

Государственные стандартные образцы и пробы затачивают на-

пильником на «плоскость». Допускается заточка электродов напильником «на крышу» с шириной площадки 2—3 мм.

В качестве противозэлектрода используют спектрально-чистый угольный стержень, заточенный на конус с площадкой 1,5—2,0 мм.

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

**3.2. Определение содержания натрия, кальция, магния, мышьяка, сурьмы, олова и цинка**

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 конус 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.

Перед щелью призменного спектрографа устанавливают трехступенчатый ослабитель. Время экспонирования при определении цинка — 40 с, остальных элементов — до полного выгорания пробы.

Для построения градуировочного графика используют следующие аналитические линии, нм:

Линия примеси	Линия сравнения
сурьма 231,1	свинец 218,7 или 224,2
олово 235,4	+ 218,7 или 224,2
мышьяк 234,9	+ 218,7 или 224,2
цинк 334,5	+ 322,0
магний 285,2	+ 292,6
кальций 422,6	+ 434,0
натрий 588,9	+ 500,5

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

**3.3. (Исключен, Изм. № 1).**

**3.4. Определение содержания хрома**

Пробу массой 1 г растворяют в 30 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты при нагревании. При выпадении осадка доливают 5—10 см<sup>3</sup> воды до полного его растворения. Затем медленно приливают 6 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты. Раствор над осадком выпаривают под инфракрасной

лампой, высушивают на электроплитке и прокаливают в муфельной печи при температуре  $\sim 550^\circ\text{C}$  в течение 30 мин.

Подготовленные пробы и образцы сравнения смешивают с графитовым порошком в соотношении 7:1 и помещают в угольные электроды особой чистоты с размером кратера  $4\times 4$  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.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

### 3.5. Определение содержания железа

Пробу массой 2 г растворяют в 30—40 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты при нагревании. Раствор выпаривают, осадок высушивают и прокаливают в муфельной печи при температуре  $600^\circ\text{C}$  в течение 30 мин.

Подготовленные пробы и образцы сравнения помещают в графитовые электроды особой чистоты с размером кратера  $3\times 3$  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.

**(Введен дополнительно, Изм. № 3).**

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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  $\Delta S$  — разность почернений линий примеси и основного вещества;  $c$  — массовая доля определяемого элемента в образцах сравнения, %.