

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ**

Методы определения свинца

**ГОСТ
1652.2-77**

Copper-zinc alloys.

Methods for the determination of lead

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978-07-01

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический и электрографиметрический методы определения свинца (при массовой доле свинца от 0,5 до 5 %), полярографический метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,001 до 5 %), фотометрический метод определения свинца (от 0,005 до 1,0 %) и атомно-абсорбционный метод определения свинца (от 0,005 до 5,0 %) в медно-цинковых сплавах по ГОСТ 15527, ГОСТ 17711 и ГОСТ 1020.

Стандарт полностью соответствует ИСО 4749.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА**2.1. Сущность метода**

Метод основан на титровании свинца при pH 5,5—6,0 раствором трилона Б в присутствии ксиленолового оранжевого в качестве индикатора до перехода окраски из фиолетовой в желтую.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 1:50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Смесь кислот азотной и соляной; готовят следующим образом: один объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, раствор 30 г/дм³.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 250 г/дм³.

Свинец марки С0 по ГОСТ 3778.

Индикатор ксиленоловый оранжевый, препарат в смеси с хлористым натрием в соотношении 1:100, хорошо растертый.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,025 моль/дм³ раствор; готовят следующим образом: 9,305 г трилона Б растворяют в 500 см³ воды при нагревании, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают до метки водой.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

УСТАНОВКА МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРА ТРИЛОНА Б

0,1 г свинца растворяют в 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 40 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, обмывают стенки стакана водой и повторяют выпаривание до появления белого дыма серной кислоты. Затем раствор охлаждают, приливают 150 см³ воды и нагревают до кипения, после чего вновь охлаждают, приливают 40 см³ этилового спирта и оставляют на 4 ч. Далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.

Массовая концентрация раствора трилона Б (T), выраженный в граммах свинца на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески свинца, г;

V — объем раствора трилона Б, затраченный на титрование, см³.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Для сплавов, не содержащих кремния

2 г сплава помещают в стакан вместимостью 300 см³, накрывают часовым стеклом и растворяют в 15 см³ смеси кислот при нагревании. После растворения сплава обмывают стекло, приливают 40 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, стенки стакана обмывают водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты.

Остаток охлаждают, приливают 150 см³ воды, нагревают до кипения и снова охлаждают. Затем приливают 40 см³ этилового спирта и оставляют на 4 ч. Выделившийся осадок сернокислого свинца отфильтровывают на плотный фильтр, стакан ополаскивают серной кислотой, разбавленной 1:50, и промывают осадок этой же кислотой до полного удаления двухвалентной меди (проба с железистосинеродистым калием), а затем два-три раза водой. Фильтр с осадком помещают в стакан, в котором велось осаждение. Приливают 15 см³ раствора уксуснокислого аммония, нагревают до кипения и кипятят 2 мин.

Раствор сливают в коническую колбу вместимостью 250 см³. В стакан с фильтром приливают два раза по 30 см³ горячей воды, каждый раз сливая раствор в ту же колбу. Снова в стакан с фильтром приливают 15 см³ раствора уксуснокислого аммония и повторяют обработку фильтра.

В полученный раствор добавляют немного (на кончике шпателя) смеси ксиленолового оранжевого с хлористым натрием и титруют раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски в желтую.

2.3.2. Для сплавов, содержащих кремний

2 г сплава помещают в платиновую чашку и растворяют в 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 1 см³ фтористоводородной кислоты. После растворения сплава раствор охлаждают, приливают 40 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, соли растворяют в воде и переводят раствор в стакан вместимостью 250 см³. Ополаскивают чашку водой так, чтобы объем не превышал 150 см³. Раствор нагревают и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю свинца (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора трилона Б, затраченный на титрование, см^3 ;

T — массовая концентрация раствора трилона Б, $\text{г}/\text{см}^3$;

m — масса навески сплава, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля свинца, %	$d, \%$	$D, \%$
От 0,001 до 0,003 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,003 » 0,005	0,0005	0,0007
» 0,005 » 0,010	0,001	0,0014
» 0,010 » 0,025	0,0025	0,0035
» 0,025 » 0,050	0,004	0,006
» 0,05 » 0,12	0,01	0,014
» 0,12 » 0,60	0,02	0,03
» 0,6 » 1,5	0,04	0,05
» 1,5 » 5,0	0,08	0,11

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

2.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО); или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. (Измененная реакция, Изм. № 3).

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

3.1. Сущность метода

Метод основан на предварительном отделении свинца от основ-

ных металлов соосаждением с гидроокисью железа в аммиачном растворе с последующим определением свинца полярографическим методом.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф типа ПО 5122 или ПТТ-1, или любой другой полярограф переменного тока.

Ячейка полярографическая, выполненная из стекла, с выносным анодом (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капающим катодом.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1 и 5 %-ный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота хлорная, ч.д.а.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения, свежеприготовленная: девять объемов бромистоводородной кислоты смешивают с одним объемом брома.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и 2 %-ный раствор.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор 10 г/дм³ в 5 %-ном растворе соляной кислоты.

Свинец марки С0 по ГОСТ 3778.

Стандартные растворы свинца

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г свинца растворяют при нагревании в 30 см³ азотной кислоты, удаляют кипячением окислы азота, охлаждают, приливают 50 см³ воды, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г свинца.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ концентрированной соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г свинца; готовят непосредственно перед использованием.

Ртуть марки Р0 по ГОСТ 4658, обезвоженная.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, 30 %-ный раствор.

Кислота аскорбиновая.

Желатин, раствор 5 г/дм³ (свежеприготовленный).

Смесь кислот: концентрированные азотная и соляная кислоты в соотношении 1:3.

Аммоний хлористый по ГОСТ 2210.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Для всех сплавов, содержащих олово менее 0,05 %

Навеску сплава (табл. 2) помещают в стакан вместимостью 250 см³, накрывают часовым стеклом и осторожно растворяют в 20 см³ смеси для растворения. При неполном растворении в стакан добавляют по каплям бром. Приливают к раствору 20 см³ хлорной кислоты и выпаривают раствор до осветления и появления густого белого дыма хлорной кислоты (объем оставшегося раствора не должен превышать 5 см³).

Охлаждают стакан, обмывают стенки стакана небольшим количеством воды, нагревают до растворения солей и добавляют воду до 100—150 см³.

3.3.2. Для сплавов, содержащих олово выше 0,05 %

Навеску сплава массой (табл. 2) помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ смеси кислот и растворяют при нагревании. После растворения раствор охлаждают и добавляют воды до 100—150 см³.

Таблица 2

Массовая доля свинца в сплаве, %	Масса навески, г	Объем полярографируемого раствора, см ³
От 0,001 до 0,003 включ.	1	40
Св. 0,003 * 0,01 *	1	20
* 0,01 * 0,025 *	1	10
* 0,025 * 0,05 *	0,5	5
* 0,05 * 0,1 *	0,5	2
* 0,1 * 0,5 *	0,1	5
* 0,5 * 2,5 *	0,1	2
* 2,5 * 5 *	0,1	1

3.3.3. К полученному раствору (см. п. 3.3.1 и 3.3.2) приливают 1 см³ раствора хлорного железа (при массовой доле железа в сплаве менее 0,5 %), добавляют 3 г хлористого аммония и раствор амиака до окрашивания раствора в темно-синий цвет и сверх этого еще 5 см³ раствора амиака и выдерживают при 60—70 °C в течение 20 мин.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности. Стакан и осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячим 2 %-ным раствором аммиака. Воронку с осадком помещают над стаканом, в котором производилось осаждение, растворяют осадок в 20 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, добавляя несколько капель перекиси водорода при наличии в сплаве марганца.

Фильтр промывают в 30 см³ горячей воды, раствор разбавляют до 125—150 см³ и повторяют осаждение.

После растворения осадка в 20 см³ горячей соляной кислоты (1:1) фильтр промывают 6 раз горячей водой, добавляют 3—5 см³ перекиси водорода и выпаривают досуха. К сухому остатку добавляют 5 см³ соляной кислоты (1:1), 3 см³ перекиси водорода и повторяют выпаривание. Охлажденный остаток растворяют в 5 см³ соляной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 0,5 см³ раствора желатина и аскорбиновую кислоту до исчезновения желтой окраски трехвалентного железа. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

Одновременно с определением свинца в сплаве проводят контрольный опыт со всеми реактивами по описанной выше методике.

3.3.4. Отбирают из колбы аликовотную часть раствора (см. табл. 2) и переносят в полярографическую ячейку, разбавляют водой до 20 см³ при массовой доле свинца выше 0,01 %. Раствор в ячейке деаэрируют, пропуская азот в течение 5—7 мин, прекращают перемешивание и снимают катодную поляризационную кривую в интервале напряжений от минус 0,3 до минус 0,7 В. Пик восстановления свинца наблюдается в области минус 0,45 В. Чувствительность регистрирующего прибора выбирается таким образом, чтобы пик свинца был не менее 15 мм.

3.3.5. Содержание свинца находят методом стандартных добавок. Аликовотную часть раствора А или Б, в зависимости от содержания свинца, добавляют в полярографируемый раствор, перемешивают раствор 3 мин и далее анализ ведут, как при определении содержания свинца в испытуемом растворе (см. п. 3.3.4).

Значение стандартной добавки выбирают таким образом, чтобы высота пика свинца после введения добавки увеличилась в 1,5—2 раза.

3.3.1—3.3.5. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю свинца (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(h_1 - h) \cdot V \cdot C}{(h_2 - h_1) \cdot m},$$

где h — высота пика свинца при полярографировании раствора контрольного опыта, мм;

h_1 — высота пика свинца при полярографировании испытуемого раствора, мм;

h_2 — высота пика свинца после введения стандартной добавки, мм;

V — объем стандартной добавки, мм;

C — концентрация стандартного раствора, г/см³;

m — масса навески сплава, взятая для полярографирования, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

3.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.3, 3.4.4. (Измененная редакция, Изм. № 3).

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

4.1. Сущность метода

Метод основан на экстракции свинца из щелочной тартратной среды хлороформом в виде диэтилдитиокарбамиата, замещении в экстракте свинца меди, всträgtивании экстракта с избытком водного раствора сернокислой меди и измерений оптической плотности полученного хлороформного раствора диэтилдитиокарбамиата меди.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 400 г/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 500 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:50.

Диэтилдитиокарбаминат натрия по ГОСТ 8864, водный раствор 10 г/дм³.

Фенолфталеин, раствор 10 г/дм³ в этаноле.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Медь сернокислая безводная раствор 50 г/дм³.

Хлороформ.

Свинец по ГОСТ 3778, марки С0.

Стандартные растворы свинца

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г свинца растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. После удаления окислов азота кипячением раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г свинца.

Раствор Б; готовят следующим образом: переносят 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г свинца.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Железо, стандартный образец № 126 (сталь низкоуглеродистая).

Раствор азотнокислого железа; готовят растворением 1,005 г стандартного образца № 126 в 15 см³ концентрированной азотной кислоты с последующим разбавлением раствора водой до 1 дм³.

1 см³ раствора содержит 0,001 г железа.

Кислота хлорная.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения, свежеприготовленная: смешивают бромистоводородную кислоту с бромом в соотношении 9:1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1,

и 2 см³ соляной кислоты. Раствор разбавляют водой до 150 см³, добавляют 5 г хлористого аммония и 30 см³ раствора азотнокислого железа (для сплавов с массовой долей менее 0,5 % железа), нагревают до 80—90 °С и добавляют аммиак до перехода всей меди в растворимый аммиачный комплекс. Осадку дают сконцентрироваться в теплом месте в течение 20—30 мин, после чего осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и отмывают от меди горячим раствором аммиака, разбавленным 1:50. Осадок растворяют в 10 см³ горячей азотной кислоты, разбавленной 1:1, и повторяют осаждение гидроокисей, растворение и промывание осадка до исчезновения ионов меди в фильтрате (проба с дигидилитиокарбаматом натрия в хлороформе).

Осадок растворяют в 10 см³ горячей азотной кислоты, разбавленной 1:1, в стакан, в котором производилось осаждение, и кипятят до удаления окислов азота. При содержании свинца менее 0,01 % на экстракцию используют весь раствор, при содержании свинца более 0,01 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть раствора 25 см³ (при массовой доле свинца от 0,01 до 0,05 %), 10 см³ (при массовой доле свинца от 0,05 до 0,2 %) или 5 см³ (при массовой доле свинца от 0,2 до 0,5 %) или 2,5 см³ (при массовой доле свинца от 0,5 до 1 %) переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³. Раствор в воронке разбавляют водой до 100 см³, добавляют 15 см³ раствора винной кислоты, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия по фенолфталеину до появления розовой окраски и сверх этого добавляют еще 3—5 см³ раствора гидроокиси натрия. Затем прибавляют 5 см³ раствора дигидилитиокарбамиата натрия, 15 см³ хлороформа и экстрагируют свинец в виде дигидилитиокарбамиата, встряхивая 5 мин. Нижний хлороформный слой сливают в другую делительную воронку так, чтобы в края воронки не попал водный раствор. К оставшейся водной фазе прибавляют 5 см³ хлороформа и встряхивают 3 мин. Хлороформный слой присоединяют к основному экстракту и прибавляют 20 см³ раствора сернокислой меди и встряхивают 5 мин. Окрашенный хлороформный слой переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, в которую уже добавлено 0,2 г сернокислого натрия. Хлороформный раствор в мерной колбе доливают хлороформом до метки и измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волн 435 нм или на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной слоя 1 или 2 см с синим светофильтром. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.1а. При массовой доле олова в сплаве свыше 0,1 % навеску пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 20 см³ смеси для растворения и растворяют при нагревании. При неполном растворении добавляют бром по каплям. Затем добавляют 10—15 см³ хлорной кислоты и выпаривают раствор до осветления и появления густого белого дыма хлорной кислоты (объем оставшегося раствора не должен превышать 5 см³). После охлаждения ополаскивают стенки стакана водой, нагревают до растворения солей, раствор разбавляют водой до объема 150 см³, добавляют 5 г хлористого аммония и далее поступают, как указано в п. 4.3.1.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4.3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью по 250 см³ вносят 0; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, разбавляют водой до 100 см³, добавляют по 15 см³ раствора винной кислоты и далее анализ ведут, как указано в п. 4.3.1.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю свинца (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса свинца, найденная по градуировочному графику, г;
 m_1 — масса навески сплава, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

4.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

4.4.3, 4.4.4. (Измененная редакция, Изм. № 3).

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

5.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте или в смеси азотной и соляной кислот и измерении атомной абсорбции свинца в пламени ацетилена — воздух при длине волн 283,3 нм.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр.

Лампа с полым катодом или другой источник резонансного излучения для свинца.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Смесь кислот азотной и соляной в соотношении 1:3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Ацетилен по ГОСТ 5475.

Свинец по ГОСТ 3778.

Стандартный раствор свинца: 1 г свинца растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,001 г свинца.

Медь по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 см³ азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,1 г меди.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. При определении свинца используют навески сплава, указанные в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля свинца, %	Масса навески сплава, г	Объем кислоты для растворения, см ³
От 0,005 до 0,05 включ.	3	30
Св. 0,05 * 0,2 *	1	15
* 0,2 * 5 *	0,1	10

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3.2. Анализ сплавов, не содержащих олова и кремния

Навеску сплава растворяют при нагревании в азотной кислоте (1:1) (см. табл. 3). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

5.3.3. Анализ сплавов, содержащих олово

Навеску сплава растворяют при нагревании в смеси кислот (см. табл. 3). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

5.3.4. Анализ сплавов, содержащих кремний

Навеску сплава помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в азотной кислоте (1:1) (см. табл. 3) и 3 см³ фтористово-диродной кислоты. Раствор упаривают до объема 3—4 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты (1:1) и снова упаривают до объема 3—4 см³. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

5.3.5. Приготовление градуировочных растворов

В одиннадцать из двенадцати мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5 и 5,0 см³ стандартного раствора свинца, что соответствует 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5 и 5,0 мг свинца. Если масса навески сплава составляет 1 или 3 г, во все колбы добавляют по 10 или по 30 см³ стандартного раствора меди и доливают водой до метки.

5.3.6. Измеряют атомную абсорбцию свинца в растворах анализируемых сплавов и в градуировочных растворах, регистрируя аналитические сигналы. По полученным значениям строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю свинца (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где c_1 — концентрация свинца в анализируемом растворе сплава, найденная по градуировочному графику, г/см³;

c_2 — концентрация свинца в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески сплава, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

5.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полу-

ченных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

5.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

5.4.2—5.4.4. (Измененная редакция, Изм. № 3).

6. ЭЛЕКТРОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

6.1. Сущность метода

Метод основан на выделении свинца электролитически в виде его двуокиси на аноде и взвешивании выделившегося осадка двуокиси свинца.

6.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Электролизная установка постоянного тока.

Платиновые сетчатые электроды по ГОСТ 6563.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 1:100.

6.3. Проведение анализа

6.3.1. Анализ сплавов, не содержащих олова

Навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 10 см³ азотной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения сплава и удаления оксидов азота стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 15 см³ азотной кислоты (1:1), разбавляют раствор до 100—150 см³ водой.

В раствор погружают взвешенный анод и катод и проводят электролиз при силе тока 1,5—2 А при перемешивании раствора. Стакан с электролитом должен быть накрыт двумя половинками часового стекла, стеклянной или пластиковой пластинкой с прорезями для электродов и мешалки. Через 30 мин от начала электролиза снимают стекло или пластинку, ополаскивают водой и продолжают электролиз в течение 15 мин. Если после этого на свежепогруженной в раствор части анода не выделяется осадок, электролиз считают законченным. Не выключая тока, быстро удаляют стакан с электро-

литом и промывают электроды, подставляя по очереди три стакана с дистиллированной водой. Выключают ток, снимают анод с осадком двуокиси свинца, высушивают его при 160–170 °С в течение 20–30 мин до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

6.3.2. Анализ сплавов, содержащих олово

Навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 15 см³ азотной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения сплава стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой и раствор упаривают до 5–10 см³. К остатку добавляют 60–70 см³ горячей воды и раствор с осадком выдерживают при 60–70 °С в теплом месте или на водянной бане в течение 1 ч. Осадок метаоловянной кислоты, отфильтровывают на плотный фильтр с фильтробумажной массой, собирая фильтрат в стакан вместимостью 250–300 см³. Фильтр с осадком промывают горячей азотной кислотой (1:100) 5–6 раз. В фильтрат добавляют 10 см³ азотной кислоты (1:1), разбавляют водой 100–150 см³ и проводят электролиз, как указано в п. 5.3.1.

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Массовую долю свинца (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 0,8661 \cdot 100}{m_2},$$

где m — масса анода с выделившимся осадком двуокиси свинца, г;

m_1 — масса анода, г;

0,8661 — коэффициент пересчета двуокиси свинца на свинец;

m_2 — масса навески, г.

6.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

6.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

6.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным об-

разцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

6.4.2—6.4.4. (Измененная редакция, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Ю.Ф. Шевакин, М.Б. Таубкин, А.А. Немодрук, Н.В. Егиазарова (руководитель темы), И.А. Воробьева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.04.77 № 1062

3. ВЗАМЕН ГОСТ 1652.2-71

4. Стандарт полностью соответствует ИСО 4749-84

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315-91	2.4.4, 3.4.4, 4.4.4, 5.4.4, 6.4.4
ГОСТ 859-78	5.2
ГОСТ 1020-77	Вводная часть
ГОСТ 1652.1-77	1.1
ГОСТ 2062-77	3.2

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 2210-73	3.2
ГОСТ 3117-78	2.2
ГОСТ 3118-77	2.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 3760-79	3.2, 4.2
ГОСТ 3773-72	4.2
ГОСТ 3778-77	2.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 4109-79	3.2, 4.2
ГОСТ 4147-74	3.2
ГОСТ 4166-76	4.2, 5.2
ГОСТ 4204-77	2.2, 3.2, 5.2
ГОСТ 4207-75	2.2
ГОСТ 4233-77	2.2
ГОСТ 4328-77	4.2
ГОСТ 4461-77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2, 6.2
ГОСТ 4658-73	3.2
ГОСТ 5475-69	5.2
ГОСТ 5817-77	4.2
ГОСТ 6563-75	6.2
ГОСТ 8864-71	4.2
ГОСТ 9293-74	3.2
ГОСТ 10484-78	5.2
ГОСТ 10652-73	2.2
ГОСТ 10929-76	3.2
ГОСТ 14261-77	3.2
ГОСТ 15527-70	Вводная часть
ГОСТ 17711-93	Вводная часть
ГОСТ 18300-87	2.2, 4.2
ГОСТ 25086-87	1.1, 2.4.4, 3.4.4, 4.4.4, 5.4.4, 6.4.4

6. Постановлением Госстандарта от 28.12.92 № 1525 снято ограничение срока действия

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в ноябре 1987 г., октябре 1990 г., декабре 1992 г. (ИУС 2-88, 2-90, 3-93)