



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д АРТ  
С О Ю З А С С Р

---

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ  
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА**

**ГОСТ 6689.20—92**

**Издание официальное**

Б3 5—92/645

13 р. 50 к.

**ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва**

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ  
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ**

**Методы определения свинца**

Nickel, nickel and copper-nickel alloys  
Methods for the determination of lead

**ГОСТ**

**6689.20—92**

ОКСТУ 1709

**Дата введения** 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический комплексонометрический и электрографиметрический методы определения свинца (при массовой доле свинца от 1,0 до 2,5%), поляро-графический метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,002 до 0,1%) и атомно-абсорбционный метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,002 до 0,02%; от 0,02 до 0,1% и от 1 до 2,5%) в никеле, никелевых и медно-никелевых сплавах по ГОСТ 492 и ГОСТ 19241.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

**2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ  
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА**

**2.1. Сущность метода**

Метод основан на комплексонометрическом титровании свинца при рН 5,5—6,0 в присутствии ксиленолового оранжевого в качестве индикатора после выделения сернокислого свинца и растворении последнего в растворе уксуснокислого аммония.

**2.2. Реактивы и растворы**

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

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

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 250 г/дм<sup>3</sup>.  
Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, раствор 30 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 18300.

Свинец металлический марки СО по ГОСТ 3778.

Ксиленоловый оранжевый в смеси с хлористым натрием в соотношении 1 : 100, тщательно растертый.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Натрий сернистый по ГОСТ 596, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусный кислоты динатриевая соль, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,025 моль/дм<sup>3</sup>:

9,305 г трилона Б растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды при нагревании, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

Установка массовой концентрации раствора трилона Б.

Навеску свинца массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, добавляют 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 40 см<sup>3</sup> серной кислоты (1 : 1), упаривают до обильного выделения белого дыма серной кислоты, охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и вновь упаривают до белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 150 см<sup>3</sup> воды, нагревают до кипения, вновь охлаждают, добавляют 40 см<sup>3</sup> этилового спирта и оставляют на 4 ч. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.

Массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в граммах свинца на 1 см<sup>3</sup> раствора, вычисляется по формуле

$$T = \frac{0,1}{V},$$

где  $V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

### 2.3. Проведение анализа

Навеску массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, добавляют 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения сплава ополаскивают стекло или пластинку и стенки стакана водой, добавляют 40 см<sup>3</sup> серной кислоты (1 : 1) и упаривают до обильного выделения белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, стенки стакана ополаскивают водой и вновь упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 150 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей и охлаждают. Добавляют 40 см<sup>3</sup> этилового спирта и оставляют стоять на 4 ч.

Выделившийся осадок сернокислого свинца отфильтровывают на плотный фильтр, стакан и осадок промывают серной кислотой (1:50) до полного удаления ионов меди в промывных водах (проба с железистосинеродистым калием), а затем 2—3 раза водой. Фильтр с осадком помещают в стакан, в котором велось осаждение, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония и тщательно размельчают фильтр стеклянной палочкой. Стакан накрывают часовым стеклом, нагревают и выдерживают при температуре, близкой к температуре кипения в течение 20 мин. Затем разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup> и еще нагревают в течение 10 мин.

Раствор охлаждают, добавляют на кончике шпателя смесь ксиленолового оранжевого с хлористым натрием и медленно титруют раствором Б трилона до перехода фиолетовой окраски в желтую.

#### 2.4 Обработка результатов

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

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

где  $V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>,

$T$  — массовая концентрация раствора трилона Б по свинцу, г/см<sup>3</sup>,

$m$  — масса навески, г

2.4.2 Расхождения результатов трех параллельных определений ( $d$  (показатель сходимости) и результатов двух анализов  $D$  (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1

таблица 1

Массовая доля свинца %	Допускаемые расхождения %	
	$d$	$D$
От 0,002 до 0,005 включ.	0,0008	0,001
Св. 0,005 » 0,010 »	0,001	0,001
» 0,010 » 0,025 »	0,002	0,003
» 0,025 » 0,05 »	0,004	0,006
» 0,05 » 0,1 »	0,005	0,007
От 1,0 » до 2,5 »	0,08	0,1

2.4.3 Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам

## **С. 4 ГОСТ 6689.20—92**

предприятия (СОП) медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8 315, или методом добавок, или сопоставлением результатов, полученных электрографиметрическим или атомно-абсорбционным методами, в соответствии с ГОСТ 25086

### **3 ЭЛЕКТРОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА**

#### **3.1 Сущность метода**

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

#### **3.2 Аппаратура, реактивы, растворы**

Электролизная установка постоянного тока

Платиновые сетчатые электроды по ГОСТ 6563

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1

Кислота сульфаминовая

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300

#### **3.3 Проведение анализа**

Навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения сплава часовое стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, раствор нагревают до кипения, добавляют 0,5 г сульфаминовой кислоты, разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup>.

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 еще 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 электролитом и промывают электроды, подставляя по очереди три стакана с дистиллированной водой. Выключают ток, снимают анод с осадком двуокиси свинца, погружают в стакан с 200 см<sup>3</sup> этилового спирта и высушивают его при температуре 160—170°C до постоянной массы, охлаждают и взвешивают. Одна порция спирта может быть использована для промывки не более 20 электродов.

#### **3.4 Обработка результатов**

3 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 с двуокиси свинца на свинец;

$m_2$  — масса навески, г.

3 4 2 Расхождения результатов трех параллельных определений  $d$  (показатель сходимости) и результатов двух анализов  $D$  (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

3 4 3 Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8 315, или методом добавок, или сопоставлением результатов, полученных титриметрическим или атомно-абсорбционным методами, в соответствии с ГОСТ 25086.

3 4 4 Электрографиметрический метод применяют при разногласиях в оценке качества медно-никелевых сплавов

#### 4. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

##### 4 1 Сущность метода

Метод основан на полярографическом определении свинца на фоне ортофосфорной кислоты при потенциале пика минус 0,47 В относительно насыщенного каломельного электрода после предварительного отделения свинца соосаждением с гидроксидом железа

##### 4 2 Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф ППТ-І со всеми принадлежностями Допускается применение полярографов других марок

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1, и 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 1:3

Кислота хлорная

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552 и разбавленная 1:3, и раствор 1 моль/дм<sup>3</sup>

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062

Бром по ГОСТ 4109

Смесь для растворения, свежеприготовленная: 9 частей бромистоводородной кислоты смешивают с одной частью брома

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:100

С. 6 ГОСТ 6689.20—92

Железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор 15 г/дм<sup>3</sup> в соляной кислоте (1 : 3).

Свинец по ГОСТ 3778 с массовой долей свинца не ниже 99,9%.

Стандартные растворы свинца

Раствор А: 1 г свинца растворяют при нагревании в 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 1), удаляют окислы азота кипячением, охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г свинца.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0001 г свинца.

Ртуть Р0 по ГОСТ 4658, обезвоженная.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

#### 4.3. Проведение анализа

##### 4.3.1. Для сплавов с массовой долей олова свыше 0,05%

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и осторожно растворяют в 20 см<sup>3</sup> смеси для растворения. При неполном растворении осторожно добавляют в стакан по каплям бром. Приливают к раствору 10 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и выпаривают до осветления раствора и появления густого белого дыма. Остаток охлаждают, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>, добавляют 3—5 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа (при массовой доле железа в сплаве менее 0,5%) и раствор аммиака до образования темносинего комплекса меди и никеля и сверх того еще 5 см<sup>3</sup> аммиака в избыток, выдерживают при 60—70°C в течение 30 мин и отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности. Стакан и осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячим раствором аммиака (1 : 100) и четыре раза теплой водой. Смывают осадок с фильтра струей воды в стакан, в котором проводили осаждение, растворяют осадок в 10 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты (1 : 1) и промывают фильтр несколько раз горячей водой. Полученный раствор разбавляют до 125—150 см<sup>3</sup> водой и повторяют переосаждение. Затем осадок на фильтре растворяют в 5 см<sup>3</sup> хлорной кислоты, разбавляют водой до 25 см<sup>3</sup> и выпаривают до появления белого густого дыма. Охлаждают раствор, добавляют 14 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты (1 : 3), переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и доливают раствор до метки водой. Часть раствора переносят в полярографический сосуд, предварительно промытый 1 моль/дм<sup>3</sup> раствором ортофосфорной кислоты, деаэрируют раствор 5—7 мин током азота и полярографируют раствор в интервале от минус 0,25 до минус 0,70 В относительно насыщенного каломельного электрода. Одновременно с определением свинца проводят контрольный опыт со всеми реактивами и анализ проб с добавкой стандартного раствора свинца, равной по

массе предполагаемому содержанию свинца, в навеске анализируемой пробе.

#### 4.3.2. Для сплавов с массовой долей кремния свыше 0,05 %

Навеску сплава массой 1 г помещают в платиновую чашку и растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и 1 см<sup>3</sup> фтористо-водородной кислоты. Прибавляют 10 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и выпаривают до появления густого белого дыма хлорной кислоты. Остаток охлаждают, растворяют осадок в воде и переносят в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до объема 150 см<sup>3</sup>, добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа и далее поступают, как указано в п. 4.3.1.

#### 4.3.3. Для сплавов с массовой долей олова и кремния менее 0,05 %

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Удаляют окислы азота кипячением, разбавляют раствор водой до 125—150 см<sup>3</sup>, добавляют 3—5 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа и далее поступают, как указано в п. 4.3.1

### 4.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(h_1 - h_2) \cdot C \cdot V}{(H - h_1) \cdot m} \cdot 100,$$

где  $h_1$  — высота пика свинца для раствора пробы, мл;

$h_2$  — высота пика свинца для раствора контрольного опыта, мм;

$H$  — высота пика свинца для раствора пробы со стандартной добавкой, мм;

$C$  — концентрация стандартного раствора свинца, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем добавки стандартного раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г.

4.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений  $d$  (показатель сходимости) и результатов двух анализов  $D$  (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

4.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

## 5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

### 5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами свинца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух. При массовой доле свинца от 0,002 до 0,02% проводят предварительное выделение свинца соосаждением с гидроксидом железа.

### 5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для свинца.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1, и растворы 1 и 2 моль/дм<sup>3</sup>.

Смесь кислот для растворения 1: смешивают один объем азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота хлорная.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь кислот для растворения 2, свежеприготовленная: 9 частей бромистоводородной кислоты смешивают с одной частью брома.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:19.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор 15 г/дм<sup>3</sup> в соляной кислоте (1:3).

Свинец по ГОСТ 3778.

Стандартные растворы свинца.

Раствор А: 0,1 г свинца растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г свинца.

Раствор Б; 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0001 г свинца.

### 5.3. Проведение анализа

#### 5.3.1. Определение массовых долей свинца от 0,002 до 0,02%

##### 5.3.1.1. Для сплавов с массовой долей олова и кремния до 0,05%

Навеску сплава массой 2 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Окислы азота удаляют кипячением и раствор разбавляют водой до объема 150 см<sup>3</sup>. Добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа (в сплавы, содержащие железо как легирующий компонент

не следует добавлять раствор хлорного железа), раствор нагревают до температуры 80—90°C и добавляют аммиак до полного перехода меди и никеля в растворимые аммиачные комплексы. Раствор с осадком гидроксидов оставляют стоять приблизительно 10 мин при температуре 60°C, а затем фильтруют на фильтр средней плотности и промывают горячим раствором аммиака (1:19) для удаления меди и никеля, а затем три раза горячей водой.

Осадок с развернутого фильтра смывают горячей водой в стакан, в котором проводили осаждение. Фильтр промывают 10 см<sup>3</sup> горячего раствора соляной кислоты (1:1), а затем водой. Промытый фильтр отбрасывают, а раствор выпаривают до объема 5 см<sup>3</sup>. Раствор охлаждают, добавляют 10 см<sup>3</sup> воды, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца в пламени ацетилен-воздух при длине волн 283,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

#### *5.3.1.2. Для сплавов с массовой долей олова свыше 0,05%*

Навеску сплава массой 2 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> смеси для растворения (2) и осторожно нагревают до полного растворения. Затем добавляют 10 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и упаривают до объема 5 см<sup>3</sup>. Остаток охлаждают, добавляют 30 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Раствор разбавляют водой до объема 150 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа и далее анализ проводят, как указано в п. 5.3.1.1.

#### *5.3.1.3. Для сплавов с массовой долей кремния свыше 0,05%*

Навеску сплава массой 2 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и 2 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты. По охлаждении добавляют 10 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и нагревают до появления густых белых паров. Остаток охлаждают, добавляют 30 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Раствор переносят в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до объема 150 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа и далее анализ проводят, как указано в п. 5.3.1.1.

#### *5.3.2. Определение массовых долей свинца от 0,02 до 0,1% и от 1 до 2%*

Навеску сплава массой 1 г берут для определения массовых долей свинца от 0,02 до 0,1% и массой 0,1 г для определения массовых долей свинца от 1 до 2%.

#### *5.3.2.1. Для сплавов с массовой долей олова и кремния до 0,05%*

## С. 10 ГОСТ 6689.20—92

Навеску сплава растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца в пламени ацетилен-воздух при длине волн 283,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

5.3.2.2 Для сплавов с массовой долей олова свыше 0,05%

Навеску сплава растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> смеси кислот для растворения (1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки 1 моль/дм<sup>3</sup> раствором соляной кислоты. Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 5.3.2.1.

5.3.2.3 Для сплавов с массовой долей кремния свыше 0,05%

Навеску сплава помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и 2 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты. После растворения приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и раствор выпаривают досуха. Затем еще раз добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и раствор выпаривают досуха. Остаток растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 5.3.2.1.

### 5.3.3. Построение градуировочного графика

В семь из восьми мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 1,0; 3,0; и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б свинца; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора А свинца, что соответствует 0,1; 0,3; 0,5; 1,0; 1,5; 3,0 и 2,5 мг свинца. Во все колбы приливают по 10 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 5.3.1.1 и 5.3.2.1. По полученным данным строят градуировочный график

### 5.4. Обработка результатов

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

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

где  $C$  — концентрация свинца, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы, г.

5.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений  $d$  (показатель сходимости) и результатов двух анализов  $D$

(показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

5.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, методом добавок или со-поставлением результатов, полученных титриметрическим или гравиметрическим, или полярографическим методами в соответствии с ГОСТ 25086.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

### **1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством metallurgии СССР РАЗРАБОТЧИКИ**

**В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. Н. Краснов, А. Н. Бога-  
нова, Л. В. Морейская, И. А. Воробьева**

### **2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Ко- митета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167**

### **3. ВЗАМЕН ГОСТ 6689.20—80**

### **4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕН- ТЫ**

Обозначение НТД на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, раздела
ГОСТ 8315—91	2 4 3, 3 4 3, 4 4 3, 5 4 3
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 596—89	2 2
ГОСТ 2062—77	4 2, 5 2
ГОСТ 3117—78	2 2
ГОСТ 3118—77	4 2, 5 2
ГОСТ 3760—79	4 2, 5 2
ГОСТ 3778—77	2 2, 4 2, 5 2
ГОСТ 4109—78	4 2, 5 2
ГОСТ 4147—74	4 2, 5 2
ГОСТ 4204—77	2 2
ГОСТ 4207—75	2 2
ГОСТ 4233—77	2 2
ГОСТ 4461—77	2 2, 3 2, 4 2, 5 2
ГОСТ 4658—73	4 2
ГОСТ 6552—80	4 2
ГОСТ 6563—75	3 2
ГОСТ 6689.1—92	Разд. 1
ГОСТ 9293—74	4 2
ГОСТ 10484—78	5 2
ГОСТ 10652—73	2 2
ГОСТ 10929—76	5 2
ГОСТ 18300—87	2 2, 3 2
ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 25086—87	Разд. 1, 2 4 3
	3 4 3, 4 4 3, 5 4 3

Редактор *И. В. Виноградская*  
Технический редактор *В. Н. Прусакова*  
Корректор *М. С. Кабашова*

Сдано в наб 29.06.92 Подп в печ 12.08.92 Усл п л 10 Усл кр отт 1,0 Уч изд л 0.72  
Тир 677 экз

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
Тип «Московский печатник» Москва, Лялин пер., 6 Зак 1326