МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОЛОВО

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

Издание официальное

БЗ 10—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.6:546.815.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОЛОВО

Методы определения свинца

Tin.
Methods for determination of lead

ОКСТУ 1709

ГОСТ
15483.5—78
(СТ СЭВ 4810—84)

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает полярографический и атомно-абсорбционный методы определения свинца (при массовой доле свинца от 0,005 до 3,1 %) в олове всех марок, кроме олова высокой чистоты.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4810.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 15483.0.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной, бромистоводородной кислот и брома, оттонке олова в виде бромида и полярографическом определении свинца в солянокислой среде в интервале потенциалов от минус 0,25 до минус 0,5 В относительно насыщенного каломельного электрода.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф со всеми принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:4.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь кислот для растворения, свежеприготовленная: к 45 см³ соляной кислоты приливают 45 см³ бромистоводородной кислоты, 10 см³ брома и тщательно перемешивают.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Порошок железный по ГОСТ 9849.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, свежеприготовленный раствор с массовой долей 1 %.

Азот или аргон с содержанием кислорода не более 0,0005 %.

Свинец по ГОСТ 3778 и ГОСТ 22861.

Раствор свинца стандартный: навеску свинца массой 0,5000 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:4. Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 15 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха. Повторяют выпаривание дважды, используя каждый раз по 5 см³ соляной кислоты. К сухому остатку добавляют 2 г хлористого натрия и приливают 100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3. Нагревают до

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

растворения солей, охлаждают, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:3, и перемешивают.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-3}$ свинца.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. В зависимости от массовой доли свинца навеску олова массой в соответствии с табл. 1 помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 15 см³ смеси для растворения вначале при комнатной температуре, а затем при слабом нагревании. Полученный раствор выпаривают досуха. К сухому остатку добавляют 10 см³ смеси для растворения и выпаривают досуха. Эту операцию повторяют 5—6 раз, используя каждый раз по 5 см³ смеси для растворения. Приливают 5 см³ азотной кислоты и выпаривают досуха.

Таблица 1

Массовая доля свинца, %	Масса навески, г	Вместимость мерных колб, см³
От 0,005 до 0,01	1	25
Св. 0,01 » 0,1	0,5	25
» 0,1 » 0,5	0,5	100
» 0,5 » 3,1	0,2	100

К остатку добавляют 5 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха. Выпаривание с соляной кислотой повторяют дважды, используя каждый раз по 5 см³ соляной кислоты. Далее приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, и нагревают до кипения. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 1, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:3, и перемешивают.

Отбирают пипеткой 15 см³ раствора и помещают в пробирку или цилиндр вместимостью 18—20 см³, добавляют 0,2—0,3 г порошка железа, перемешивают и оставляют на 40—45 мин.

По истечении указанного времени прибавляют 0,5 см³ раствора желатина и снова перемешивают. Через 10 мин раствор фильтруют через ватный тампон, собирая фильтрат в электролизер. Через раствор пропускают азот или аргон и полярографируют свинец в интервале от минус 0,25 до минус 0,65 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

Одновременно проводят полярографирование серии растворов с известным содержанием свинца.

Из значений высоты волны раствора пробы вычитают значение высоты волны раствора контрольного опыта.

2.3.2. Для приготовления серии растворов с известным содержанием свинца в мерные колбы вместимостью 100 см³ отмеряют 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ стандартного раствора свинца, что соответствует 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 мг свинца, доводят раствором соляной кислоты до метки и далее продолжают, как указано в п. 2.3.1.

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.4. Обработка результатов

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

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

где H — высота волны свинца при полярографировании анализируемого раствора за вычетом высоты волны свинца в контрольном опыте, мм;

V — объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески олова, г;

K — среднее значение отношений высот волн, полученных при полярографировании серии растворов с известным содержанием свинца к концентрациям этих же растворов, мм·см³/г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля свинца, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,005 до 0,01	0,002
Св. 0,01 » 0,025	0,004
» 0,025 » 0,05	0,008
» 0,05 » 0,1	0,015
» 0,1 » 0,25	0,03
» 0,25 » 0,5	0,05
» 0,5 » 1,0	0,08
» 1,0 » 3,1	0,15

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Разд. 3. **(Исключен, Изм. № 2).**

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси фтористоводородной и азотной кислот с водой и измерении атомной абсорбции свинца в пламени ацетилен-воздух при длине волны 283,8 нм.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Стаканы фторопластовые вместимостью 50 см^3 или чашки платиновые вместимостью не менее 50 см^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:4.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Смесь для растворения; готовят по ГОСТ 15483.2.

Свинец по ГОСТ 3778 и ГОСТ 22861.

Растворы свинца стандартные.

Раствор А: 0,5000 г металлического свинца растворяют в 30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:4, нагревают до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит $5 \cdot 10^{-4}$ г свинца.

Раствор Б: 20 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г свинца.

Колбы полиэтиленовые вместимостью 50 см^3.

Олово высокой чистоты по ГОСТ 860.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.3. Проведение анализа

4.3.1. В зависимости от массовой доли свинца навеску олова массой в соответствии с табл. 5 помещают в стакан из фторопласта или платиновую чашку вместимостью 50 см^3 и приливают небольшими порциями 10 см^3 смеси для растворения. Далее поступают, как указано в ГОСТ 15483.2. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 5, приливают смесь для растворения из расчета 10 см^3 смеси на 50 см^3 объема раствора, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 5*

Массовая доля свинца, %	Масса навески, г	Вместимость мерных колб, см^3
От 0,005 до 0,01	1	50
Св. 0,01 » 0,1	0,5	50
» 0,1 » 0,5	0,5	100
» 0,5 » 3,1	0,2	250

* Табл. 3, 4. **(Исключены, Изм. № 2).**

Полученный раствор распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрометра и фотометрируют при длине волны 283,8 нм в условиях, указанных в ГОСТ 15483.2.

Концентрацию свинца устанавливают по градуировочному графику, фотометрируя одновременно с анализируемыми растворами серию растворов с известным содержанием свинца и контрольного опыта.

4.3.2. Для построения градуировочного графика в тринадцать стаканов из фторопласта или платиновых чашек помещают навеску олова высокой чистоты массой в соответствии с табл. 5, растворяют в 20 см^3 смеси для растворения, следя за тем, чтобы реакция не протекала бурно. По окончании растворения содержимое стакана нагревают в течение 1—2 мин, не доводя до кипения, и охлаждают. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3 и в двенадцать из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 и 0,6 мг свинца и 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см^3 стандартного раствора А, что соответствует 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 мг свинца. Объем раствора во всех колбах доводят водой до метки и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 4.3.1. По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям свинца строят градуировочный график.

4.3.1, 4.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C_1 — концентрация фотометрируемого раствора, г/см^3;

C_2 — концентрация свинца в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем фотометрируемого раствора, см^3;

m — масса навески олова, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.С. Баев, Т.П. Алманова, В.С. Мешкова, Г.М. Власова, Л.В. Мищенко, Л.Д. Савилова, Р.Д. Тресницкая

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.12.78 № 3300

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4810—84

4. ВЗАМЕН ГОСТ 15483.5—70

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 860—75	4.2
ГОСТ 2062—77	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 3778—77	2.2; 4.2
ГОСТ 4109—79	2.2
ГОСТ 4233—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 4.2
ГОСТ 9849—86	2.2
ГОСТ 10484—78	4.2
ГОСТ 11293—89	2.2
ГОСТ 15483.0—78	1.1
ГОСТ 15483.2—78	4.2
ГОСТ 22861—93	2.2; 4.2

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1984 г., октябре 1985 г., июне 1989 г. (ИУС 12—84, 1—86, 10—89)

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 26.04.99. Подписано в печать 28.05.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,50.
Тираж 131 экз. С 2914. Зак. 461.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru