Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АЛЮМИНИЙ

Метод определения свинца

ГОСТ 12697.11—77

Aluminium.
Method for determination of lead

МКС 77.120.10
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.09.77 № 2315 дата введения установлена

01.01.79

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения свинца в алюминии (при массовой доле свинца от 0,001 до 0,1 %). Метод основан на полярографировании свинца в растворе, подготовленном соответствующим образом, в интервале напряжения от минус 0,35 до минус 0,8 В.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 12697.1—77 и ГОСТ 25086—87.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф переменного тока типа ПУ-1 или аналогичного типа.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88* 2-го класса точности с погрешностью взвешивания 0,0002 г.

Азот газообразный по ГОСТ 9293—74.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069—2001.

Раствор алюминия 28 г/дм^3; готовят следующим образом: 14 г алюминия помещают в стакан вместимостью 800 см^3, растворяют в 300 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и добавляют для ускорения растворения одну-две капли металлической ртути.

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, свежеприготовленный раствор с массовой долей 10 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 3 : 2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1.

Ртуть по ГОСТ 4658—73.

Свинец по ГОСТ 3778—98.

Растворы свинца стандартные.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1985 г., мае 1988 г. (ИУС 2—86, 8—88).

gost.e-ecolog.ru

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1400 г свинца растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 3 : 2, добавляют 10 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха. Повторяют еще раз выпаривание с 10 см³ соляной кислоты до влажного остатка солей. Остаток растворяют в воде, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,14 мг свинца (Pb).

Раствор Б; готовят перед употреблением следующим образом: пипеткой отбирают 50 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,14 мг свинца (Pb).

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску алюминия массой 0,7 г помещают в стакан вместимостью 150 см³ и растворяют в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до растворения навески. После растворения добавляют 2—3 капли брома и выпаривают раствор до получения влажного остатка солей.

Затем раствор охлаждают, обмывают стекло и стенки стакана водой и снова выпаривают до получения влажного остатка солей. Остаток растворяют в 10—15 см³ горячей воды, добавляют 2 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и кипятят 1—2 мин. После этого раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. Часть раствора отбирают в электролизер с донной ртутью, пропускают азот в течение 5 мин и полярографируют свинец в интервале напряжения от минус 0,35 до минус 0,8 В при соответствующей чувствительности прибора.

Медь и цинк определяют из того же раствора, полярографируя медь в интервале напряжения от минус 0,05 до минус 0,4 В, а цинк — от минус 0,8 до минус 1,2 В.

Одновременно проводят контрольный опыт.

Массу свинца определяют по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

3.2. Построение градуировочного графика (при массовой доле свинца от 0,001 до 0,01 %)

В стакан вместимостью 150 см³ помещают по 25 см³ раствора алюминия 28 г/дм³ и из микробюретки добавляют 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 5,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,007; 0,014; 0,028; 0,042 и 0,070 мг свинца; в каждый стакан добавляют 2—3 капли брома и выпаривают до получения влажного остатка солей. Стенки стакана обмывают водой и вновь выпаривают до влажного остатка солей. Остаток растворяют в 10—15 см³ горячей воды, приливают 2 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и кипятят 1—2 мин. Далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

По данным, полученным при полярографировании растворов, и известным массам свинца строят градуировочный график. При замене капилляра необходимо построить новый график.

3.3. Построение градуировочного графика (при массовой доле свинца от 0,01 до 0,1 %)

В стакан вместимостью 150 см³ помещают по 25 см³ раствора алюминия 28 г/дм³ и добавляют из микробюретки 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 5,0 см³ раствора А, что соответствует 0; 0,07; 0,14; 0,28; 0,42 и 0,70 мг свинца. Далее поступают, как указано в пп. 3.1, 3.2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1 \cdot 1000},$$

где m — масса свинца, найденная по градуировочному графику, мг;

m_1 — масса навески алюминия, г.

4.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля свинца, %	Допускаемое расхождение, %	
	сходимости, отн.	воспроизводимости, отн.
От 0,001 до 0,003 включ.	30	45
Св. 0,003 » 0,01 »	20	30
» 0,01 » 0,05 »	15	25
» 0,05 » 0,1 »	10	15

(Измененная редакция, Изм. № 2).

gost.e-ecolog.ru