УДК 669.15.27—198:546.815.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОВОЛЬФРАМ

Метод определения свинца

Ferrotungsten.
Method for determination of lead content

ГОСТ 14638.11—84

(СТ СЭВ 4083—83)

Взамен
ГОСТ 14638.11—69

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 мая 1984 г. № 1699 срок действия установлен

с 01.07.85
до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения в ферровольфраме массовой доли свинца в диапазоне от 0,001 до 0,05%.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Метод основан на полярографировании свинца на фоне хлорной и фосфорной кислот при потенциале пика минус 0,51 В относительно ртутного анода. Режим полярографирования — переменнотоковый или осциллографический.

От мешающих определению элементов свинец предварительно отделяют тиоацетамидом в присутствии коллектора — меди и аммиаком — в присутствии железа.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4083—83.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф переменного тока или осциллографический со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота хлорная плотностью 1,51 или 1,67 г/см^3.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 50%-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 25%-ный раствор; готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 2.

Кислота лимонная моногидрат и безводная по ГОСТ 3652—69, 50%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1 : 2, 1 : 100, 1 : 200.

Медь (II) азотнокислая, 1%-ный раствор.

Тиоацетамид, 2%-ный раствор.

Смесь кислот соляной и азотной в соотношении 3 : 1; готовят перед применением.

Железо (III) азотнокислое по ГОСТ 4111—74, 0,1%-ный раствор: 0,1 г азотнокислого железа помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 50 см^3 воды, приливают 5 см^3 азотной кислоты, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80 с молярной концентрацией 1 моль/дм^3.

Свинец металлический по ГОСТ 3778—77.

Стандартные растворы свинца.

Раствор А: 0,1 г металлического свинца помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 10—15 см³ азотной кислоты. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация свинца в растворе А равна 0,0001 г/см³.

Раствор Б: 20 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, приливают 1 см³ азотной кислоты, доводят объем до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация свинца в растворе Б равна 0,00001 г/см³.

Баллон с аргоном, азотом или водородом, не содержащими кислород.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Массу навески ферровольфрама устанавливают в зависимости от массовой доли свинца в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля свинца, %	Масса навески пробы, г
От 0,001 до 0,005 включ.	1,0
Св. 0,005 » 0,05 »	0,5

Навеску помещают в платиновую чашку, смачивают водой, приливают 5 см³ азотной кислоты, 5 см³ раствора фтористоводородной кислоты, 10 см³ хлорной кислоты и растворяют при нагревании. Раствор выпаривают до появления паров хлорной кислоты, приливают 20 см³ воды, нагревают и переводят раствор с осадком в коническую колбу вместимостью 500 см³ или стакан вместимостью 400 см³, обмывая стенки чашки водой. Оставшийся небольшой осадок вольфрамовой кислоты растворяют несколькими каплями раствора гидроокиси натрия или аммиака и смывают водой до объема 100 см³. Затем приливают 15 см³ раствора винной или лимонной кислоты и раствор гидроокиси натрия или аммиака до растворения осадка. Раствор охлаждают, приливают соляную кислоту (1 : 1) до изменения красного цвета индикаторной бумаги конго в синий, 20 см³ раствора винной или лимонной кислоты, 2 см³ раствора азотнокислой меди и нейтрализуют аммиаком до pH 7,5—8,0 (по универсальной индикаторной бумаге). Затем приливают 10 см³ раствора тиоацетамида и выдерживают раствор 10—15 мин при температуре 80—90° С. Затем приливают еще 10 см³ раствора тиоацетамида и оставляют раствор с осадком на 2 ч при температуре 40—50° С.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 8—9 раз холодным раствором аммиака 1 : 200. Осадок на

фильтре растворяют в 15 см³ (порциями по 5 см³) горячей смеси кислот и промывают фильтр 3—4 раза горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в колбу, в которой проводилось осаждение.

Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 10 см³ азотной кислоты и нагревают содержимое колбы до растворения солей, затем приливают 150 см³ воды, 20 см³ раствора азотнокислого железа и аммиак до появления запаха и 10 см³ в избыток.

Раствор с осадком нагревают до кипения и отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности, после чего промывают 8—10 раз горячим раствором аммиака 1 : 100.

Осадок на фильтре растворяют 10 см³ горячей соляной кислоты (1 : 2), собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают 5—7 раз горячей водой, собирая промывные воды в тот же стакан, приливают 2 см³ хлорной кислоты и выпаривают раствор до появления паров хлорной кислоты. Стакан охлаждают и раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³ раствором фосфорной кислоты, доливают до метки тем же раствором фосфорной кислоты и перемешивают.

Для удаления кислорода через раствор продувают аргон, водород или азот в течение 5 мин и полярографируют свинец при потенциале пика минус 0,51 В относительно ртутного анода.

3.2. Массовую долю свинца в испытуемом растворе определяют методом сравнения со стандартным раствором или методом градуировочного графика, или методом добавок.

3.2.1. При применении метода сравнения в зависимости от массовой доли свинца определяют объем стандартного раствора свинца по табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля свинца, %	Объем стандартного раствора Б, см³	Масса свинца в стандартном растворе Б, г
От 0,001 до 0,005 включ.	1	0,00001
	2	0,00002
	5	0,00005
Св. 0,005 до 0,05 включ.	2	0,00002
	5	0,00005
	10	0,00010
	25	0,00025

Отобранный объем стандартного раствора Б помещают в коническую колбу или стакан, приливают 100 см³ воды, 2 см³ раствора азотнокислой меди и нейтрализуют раствором аммиака (1 : 2) до pH 7,5- 8,0 (по универсальной индикаторной бумаге), затем приливают 10 см³ раствора тиоацетамида. Далее анализ ведут по п. 3.1.

3.2.2. При применении метода градуировочного графика в зависимости от массовой доли свинца определяют объемы стандартного раствора свинца по табл. 2.

Отобранные объемы стандартного раствора помещают в конические колбы или стаканы, приливают по 100 см³ воды, по 2 см³ раствора азотнокислой меди и нейтрализуют раствором аммиака (1 : 2) до pH 7,5—8,0 (по универсальной индикаторной бумаге), затем приливают по 10 см³ раствора тиоацетамида. Далее анализ ведут по п. 3.1.

3.2.3. При применении метода добавок к навеске пробы добавляют такое количество стандартного раствора свинца, при котором масса добавки свинца составляла не менее половины массы свинца в анализируемой пробе. Далее анализ ведут по п. 3.1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю свинца в процентах вычисляют по формулам:

для метода сравнения X

$$X = \frac{m_1 \cdot h}{m \cdot h_1} \cdot 100,$$

где m_1 — масса свинца в стандартном растворе, взятая для полярографирования, г;

h — высота пика, полученная при полярографировании раствора пробы, мм;

h_1 — высота пика, полученная при полярографировании стандартного раствора, мм;

m — масса навески пробы, г;

для градуировочного графика X_1

$$X_1 = \frac{m_2}{m} \cdot 100,$$

где m_2 — масса свинца в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, г;

для метода добавок X_2

$$X_2 = \frac{h \cdot m_3}{(h_2 - h) \cdot m} \cdot 100,$$

где m_3 — масса свинца, добавленная к раствору пробы, г;

m — масса навески пробы, г;

h — высота пика, полученная при полярографировании раствора пробы без добавки стандартного раствора свинца, мм;

h_2 — высота пика, полученная при полярографировании раствора пробы с добавкой стандартного раствора свинца, мм.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля свинца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,0025 включ.	0,001
Св. 0,0025 » 0,005 »	0,002
» 0,005 » 0,01 »	0,003
» 0,01 » 0,02 »	0,005
» 0,02 » 0,05 »	0,007

Изменение № 1 ГОСТ 14638.11—84 Ферровольфрам. Метод определения свинца

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.10.89 № 3261

Дата введения 01.07.90

Раздел 1. Заменить ссылки: ГОСТ 13020.0—75 на ГОСТ 27349—87, ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86.

Раздел 2. Заменить слова: «50 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 50 %» (2 раза); «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %»; «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1 %»; «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 2 %»; «0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,1 %».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли свинца приведены в табл. 3.

(Продолжение см. с. 70)

(Продолжение изменения к ГОСТ 14638.11—84)

Таблица 3

Массовая доля свинца, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения
От 0,001 до 0,002 включ.	0,001	0,001	0,001	0,001	0,0005
Св. 0,002 » 0,005 »	0,002	0,002	0,002	0,002	0,001
» 0,005 » 0,01 »	0,002	0,003	0,002	0,003	0,002
» 0,01 » 0,02 »	0,004	0,005	0,004	0,005	0,003
» 0,02 » 0,05 »	0,006	0,007	0,006	0,007	0,004

(ИУС № 2 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru