Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

Методы определения свинца

ГОСТ 1953.2—79

Tin bronze. Methods for the determination of lead

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения свинца (от 0,002 % до 0,6 %), электрогравиметрический метод определения свинца (от 1 % до 4 %), титриметрический метод определения свинца (от 1 % до 30 %) и атомно-абсорбционный метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,002 % до 0,02 % и свыше 0,02 % до 12 %) в бронзах оловянных по ГОСТ 5017, ГОСТ 613 и ГОСТ 614.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1530—79.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА (от 0,002 % до 0,6 %)

2.1. Сущность метода

Метод основан на предварительном отделении олова отгонкой в виде летучего тетрабромида олова при растворении бронзы в смеси брома и бромистоводородной кислоты, отделении свинца от меди соосаждением свинца с гидроокисью железа аммиаком с последующим растворением осадка и определением свинца на полярографе переменного или постоянного тока в растворе ортофосфорной кислоты.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного или постоянного тока и ячейка с выносным анодом (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капающим катодом.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:10.

Кислота хлорная.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:50.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, разбавленная 1:3 и 1 моль/дм^3 раствор.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, 50 г/дм^3 в соляной кислоте 1:10.

Ртуть по ГОСТ 4658 марки Р0, осушенная.

Свинец по ГОСТ 3778 марки С0.

Растворы свинца. Раствор А; готовят следующим образом: 0,25 г металлического свинца растворяют при нагревании в 30 см^3 азотной кислоты, удаляют кипячением окислы азота, охлаждают, приливают 50 см^3 воды, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,001 г свинца.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г свинца.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. Проведение анализа

Навеску бронзы массой 1 г при массовой доле свинца от 0,002 % до 0,25 % и 0,5 г при массовой доле свинца свыше 0,25 % помещают в стакан вместимостью 250 см^3, накрывают часовым стеклом и растворяют в 20 см^3 бромной смеси. При неполном растворении сплава в стакан по каплям добавляют бром.

По окончании растворения приливают к раствору 20 см^3 хлорной кислоты и упаривают раствор при умеренном нагревании до выделения густого белого дыма и осветления раствора. Раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана и часовое стекло водой и повторяют упаривание до появления густого белого дыма хлорной кислоты. Охлаждают стакан, ополаскивают стенки стакана небольшим количеством воды и нагревают до растворения солей. Разбавляют раствор водой до 150 см^3, добавляют 1 см^3 раствора хлорного железа, смесь нагревают до 60—70 °С и приливают аммиак до перехода всей меди в растворимый темно-синий аммиачный комплекс.

Раствор с осадком гидроокисей выдерживают в теплом месте 20 мин для коагуляции осадка, после чего фильтруют через бумажный фильтр средней плотности. Стакан и осадок на фильтре промывают раствором аммиака, разбавленным 1:50. Воронку с осадком помещают над стаканом, в котором производилось осаждение, растворяют осадок в 20 см^3 соляной кислоты и промывают фильтр 50 см^3 горячей воды. Полученный раствор разбавляют водой до 150 см^3 и повторяют осаждение гидроокисей аммиаком, их отделение и растворение, как описано выше, еще два раза. Осадок на фильтре растворяют в 5 см^3 хлорной кислоты, промывают фильтр 50 см^3 горячей воды и полученный раствор упаривают до появления белого дыма хлорной кислоты. Добавляют 15 см^3 воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, приливают 14 см^3 ортофосфорной кислоты, разбавленной 1:3, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть полученного раствора объемом 10 см^3 переносят в полярографическую ячейку, предварительно промытую 1 моль/дм^3 раствором ортофосфорной кислоты. Через ячейку пропускают азот в течение 5—7 мин, прекращают перемешивание и снимают катодную полярограмму в интервале напряжений от минус 0,25 до минус 0,7 В. Восстановление свинца регистрируется около минус 0,5 В. Чувствительность полярографа выбирают так, чтобы высота пика была не менее 20—25 мм.

Содержание свинца находят методом стандартных добавок. Аликвотную часть стандартного раствора Б (от 0,2 до 0,6 см^3) добавляют в анализируемый раствор, перемешивают раствор в течение 2 мин и полярографируют так же, как в случае анализируемого раствора. Величину стандартной добавки подбирают так, чтобы высота пика свинца увеличивалась в 2—3 раза по сравнению с высотой пика свинца в растворе. Одновременно проводят контрольный опыт со всеми реактивами по описанной выше методике.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

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

где h_x — высота пика свинца при контрольном опыте, мм;

h_1 — высота пика свинца в анализируемом растворе, мм;

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

V — объем стандартного раствора, добавленный в анализируемый раствор, см³;

C — концентрация стандартного раствора свинца, г/см³;

m — масса навески бронзы, г.

2.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля свинца, %	d, %	D, %	Массовая доля свинца, %	d, %	D, %
От 0,002 до 0,005 включ.	0,0008	0,001	От 0,50 до 1,0 включ	0,06	0,08
Св. 0,005 » 0,010 »	0,001	0,001	Св. 1,0 » 4,0 »	0,08	0,1
» 0,010 » 0,025 »	0,002	0,003	» 4,0 » 7,0 »	0,12	0,2
» 0,025 » 0,050 »	0,004	0,006	» 7,0 » 9,0 »	0,15	0,2
» 0,05 » 0,10 »	0,005	0,007	» 9,0 » 20,0 »	0,20	0,3
» 0,10 » 0,25 »	0,01	0,014	» 20,0 » 30,0 »	0,25	0,4
» 0,25 » 0,50 »	0,02	0,03			

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

2.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА (от 1,0 % до 30 %)

3.1. Сущность метода

Метод основан на титровании свинца при pH 5,4—6,0 раствором трилона Б в присутствии ксиленолового оранжевого в качестве индикатора после его выделения в виде сернокислого свинца и растворения в уксуснокислом аммонии.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. 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 ректификованный по ГОСТ 18300.

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

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 150 г/дм³ (на 1 дм³ раствора добавляется 3 см³ соляной кислоты).

Свинец металлический по ГОСТ 3778 марки С0.

Индикатор ксиленоловый оранжевый, в виде хорошо растертой смеси с хлористым натрием в соотношении 1:100.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,025 моль/дм³, готовят из фиксанала или 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.

Установка массовой концентрации раствора трилона Б.

0,1 г свинца растворяют в 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и повторяют упаривание до появления белого дыма серной кислоты. После охлаждения к остатку приливают 150 см³ воды, нагревают до растворения солей и охлаждают, после чего приливают 40 см³ этилового спирта и оставляют на 4 ч. Далее поступают так, как указано в п. 3.3.

Массовую концентрацию раствора трилона *Б* (*Т*), выраженную в граммах свинца на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

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

где m — навеска свинца, г;

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Проведение анализа

Навеску бронзы массой 1 г при массовой доле свинца от 1 % до 10 % и 0,2 г при массовой доле свинца от 10 % до 30 % помещают в стакан вместимостью 300 см³, накрывают часовым стеклом и растворяют в 15 см³ смеси кислот при нагревании. После растворения сплава стекло ополаскивают водой, приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, стенки стакана ополаскивают водой и вновь упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, приливают 150 см³ воды, нагревают до растворения солей и охлаждают. Затем приливают 40 см³ этилового спирта и оставляют на 4 ч. Выделившийся осадок сернокислого свинца отфильтровывают на плотный фильтр с фильтробумажной массой; стакан ополаскивают серной кислотой, разбавленной 1:50, и осадок промывают этой же кислотой до полного удаления 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 50 см³ раствора уксуснокислого аммония, нагревают до кипения и кипятят 2 мин. Затем разбавляют водой до объема 80 см³ и раствор охлаждают.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4. Обработка результатов

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

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

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

T — массовая концентрация раствора трилона Б по свинцу, г/см³;

m — масса пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

3.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.3, 3.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА (от 0,002 % до 0,02 %)

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения света атомами свинца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух, после предварительного выделения свинца с осаждением с гидроокисью железа.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для свинца.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1, 1:3 и 2М раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота хлорная.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения, свежеприготовленная; готовят следующим образом: 9 частей бромистоводородной кислоты смешивают с одной частью брома.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:19.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929.

Железо хлорное, раствор 15 г/дм^3 в соляной кислоте, разбавленной 1:3.

Алюминий металлический с массовой долей свинца ниже 0,001 %.

Алюминий хлористый, раствор 50 г/дм^3; готовят следующим образом: 5 г алюминия растворяют в 150 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, с добавлением нескольких капель перекиси водорода. Раствор выпаривают до начала кристаллизации хлористого алюминия, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

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

Стандартные растворы свинца.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г свинца растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора А содержит 0,0005 г свинца.

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г свинца.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. *Для бронз, с массовой долей олова, кремния и алюминия до 0,05 %*

Навеску бронзы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Окислы азота удаляют кипячением и раствор разбавляют водой до объема 150 см^3. Добавляют 5 см^3 раствора хлорного железа (в бронзы, содержащие железо как легирующий компонент, не следует добавлять раствор хлорного железа), раствор нагревают до температуры 80—90 °С и добавляют аммиак до полного перехода меди и никеля в аммиачные комплексы. Осадок гидроокисей оставляют стоять в течение 10 мин при температуре 60 °С, фильтруют на фильтр средней плотности и промывают горячим раствором аммиака, разбавленным 1:19, для удаления меди и никеля, а затем 3 раза горячей водой.

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

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

4.3.2. *Для бронз, с массовой долей олова свыше 0,05 %.*

Навеску бронзы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 25 см^3 смеси для растворения и осторожно нагревают до полного растворения. Затем добавляют 10 см^3 хлорной кислоты и упаривают до объема 4 см^3. Остаток охлаждают, добавляют 30 см^3 воды и нагревают до растворения солей. Раствор разбавляют водой до объема 150 см^3, добавляют 5 см^3 раствора хлорного железа, нагревают до температуры 80—90 °С, добавляют аммиак до полного перехода меди в аммиачный комплекс и далее анализ ведут, как указано в п. 4.3.1.

4.3.3. *Для бронз, с массовой долей кремния свыше 0,05 %*

Навеску бронзы массой 2 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см^3 фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см^3 хлорной кислоты и нагревают до появления густых белых паров. Остаток охлаждают, добавляют 30 см^3 воды и нагревают до растворения солей. Раствор переносят в стакан вместимостью 250 см^3, разбавляют водой до объема 150 см^3, добавляют 5 см^3 раствора хлорного железа, нагревают до температуры

80—90 °С, добавляют аммиак до полного перехода меди в аммиачный комплекс и далее анализ ведут, как указано в п. 4.3.1.

4.3.4. *Для бронз, содержащих алюминий как компонент*

Навеску бронзы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 20 см³ раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, с добавкой нескольких капель соляной кислоты. Окислы азота удаляют кипячением и раствор разбавляют водой до объема 150 см³. Раствор нагревают до температуры 80—90 °С, добавляют аммиак до полного перехода меди в аммиачный комплекс и далее анализ ведут, как указано в п. 4.3.1.

4.3.5. Построение градуировочных графиков

4.3.5.1. *Для бронз, не содержащих алюминий как компонент*

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³ стандартного раствора Б свинца. В каждую колбу добавляют по 10 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 4.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

4.3.5.2. *Для бронз, содержащих алюминий как компонент*

В семь мерных колб вместимостью по 50 см³ помещают, в зависимости от содержания алюминия в пробе, от 2 до 10 см³ раствора хлористого алюминия и в шесть из них добавляют 0,5; 1,25; 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 см³ стандартного раствора Б свинца, по 5 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 4.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. 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/см³;

V — объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

4.4, 4.4.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

4.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных полярографическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

4.4.3, 4.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА (от 0,02 % до 12 %)

5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами свинца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух.

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 3118,2 моль/дм³ и 1 моль/дм³ растворы.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота хлорная.

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

Стандартные растворы свинца.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г свинца растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г свинца.

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г свинца.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. *Для бронз, с массовой долей олова и кремния до 0,05 %*

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 2, помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

При массовой доле свинца свыше 1 % 10 см³ раствора переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 2), добавляют 2 моль/дм³ раствор соляной кислоты (см. табл. 2) и доливают водой до метки.

Таблица 2

Массовая доля свинца, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см³	Объем 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты, см³	Объем раствора пробы после разбавления, см³
От 0,02 до 1	1	—	—	100
Св. 1 » 6	1	10	10	100
» 6 » 12	0,5	10	25	250

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

5.3.2. *Для бронз, с массовой долей олова свыше 0,05 %.*

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 2, помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ смеси кислот. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, ополаскивают стенки стакана 1 моль/дм³ раствором соляной кислоты и доливают до метки той же кислотой. При массовой доле свинца свыше 1 % 10 см³ раствора переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 2) и доливают до метки 1 моль/дм³ раствором соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 5.3.1.

5.3.3. *Для бронз, с массовой долей кремния свыше 0,05 %*

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 2, помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см³ фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см³ хлорной кислоты и нагревают до появления густых белых паров. Остаток растворяют при нагревании в воде.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. При массовой доле свинца свыше 1 % 10 см³ раствора переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 2), добавляют 2 моль/дм³ раствор соляной кислоты (см. табл. 2) и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 5.3.1.

5.3.4. Построение градуировочного графика

В одиннадцать из двенадцати мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 2,5; 5,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б и 2,0; 3,0; 4.0; 6.0; 8,0; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора А свинца. Во все колбы добавляют по 10 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 5.3.1. 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/см³;

V — объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески, содержащаяся в конечном объеме раствора пробы, г.

5.1—5.4.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

5.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят, как указано в п. 4.4.4.

5.4.5. Атомно-абсорбционный метод применяется в случае разногласий в оценке качества оловянных бронз.

5.4.3—5.4.5. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

6. ЭЛЕКТРОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

6.1. Сущность метода

Метод основан на выделении свинца электролизом после предварительного отделения олова в виде метаоловянной кислоты и взвешивания выделившегося осадка двуокиси свинца на аноде.

6.2. Аппаратура, реактивы

Электролизная установка постоянного тока.

Платиновые сетчатые электроды по ГОСТ 6563.

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

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 300 г/дм³.

6.3. Проведение анализа

Навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 15 см³ азотной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. После растворения сплава стекло снимают, ополаскивают водой и упаривают раствор до 5—10 см³. К остатку добавляют 50 см³ горячей воды, 10 см³ раствора азотнокислого аммония и выдерживают в теплом месте 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 (1:10) до полного удаления меди и свинца.

Выделенный осадок метаоловянной кислоты используют при гравиметрическом методе определения олова по ГОСТ 1953.3. Фильтрат упаривают до 150 см³, 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 считается законченным. Не выключая тока, вынимают электроды из электролита, ополаскивают электроды, собирая промывные воды в стакан с электролитом, отключают ток, снимают анод с осадком двуокиси свинца, погружают его в стакан с водой, а затем в стакан со спиртом, высушивают его при 160—170 °С до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

Одна порция спирта (200 см³) может быть использована для промывки 20 электродов.

6.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \times 0{,}8662}{m},$$

где m_1 — масса анода, г;

m_2 — масса анода с выделившимся осадком двуокиси свинца, г;

0,8662 — коэффициент пересчета с двуокиси свинца на свинец;

m — масса навески, г.

6.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 1.

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

6.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных титриметрическим или атомно-абсорбционным методами, в соответствии с ГОСТ 25086.

Разд. 6. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10.10.79 № 3899

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1530—79

4. ВЗАМЕН ГОСТ 1953.2—74

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	2.4.4, 6.4.4	ГОСТ 4233—77	3.2
ГОСТ 613—79	Вводная часть	ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 5.2, 6.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 4658—73	2.2
ГОСТ 1953.1—79	1.1	ГОСТ 5017—74	Вводная часть
ГОСТ 1953.3—79	6.3	ГОСТ 6552—80	2.2
ГОСТ 2062—77	2.2	ГОСТ 6563—75	6.2
ГОСТ 3117—78	3.2	ГОСТ 9293—74	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 5.2	ГОСТ 10484—78	4.1, 5.2
ГОСТ 3760—79	2.2	ГОСТ 10652—73	3.2
ГОСТ 3778—98	2.2, 3.2, 5.2	ГОСТ 10929—76	4.2
ГОСТ 4109—79	2.2	ГОСТ 18300—87	3.2
ГОСТ 4147—74	2.2	ГОСТ 22867—77	6.2
ГОСТ 4204—77	3.2	ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4, 6.4.4
ГОСТ 4207—75	3.2		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1 и 2, утвержденными в феврале 1983 г., августе 1990 г. (ИУС 6—83, 11—90)

gost.e-ecolog.ru