МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИЯ

Издание официальное

БЗ 4—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.4'75:546.41.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

Метод определения кальция

ГОСТ 1293.8—78

Antimonous lead alloys.
Method for the determination of calcium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения содержания кальция (при массовой доле кальция от 0,001 до 0,04 %) в свинцово-сурьмянистом сплаве.

Метод основан на измерении поглощения линии кальция 422,7 нм при введении растворов проб и растворов для построения градуировочного графика в воздушно-ацетиленовое пламя. Пробы свинцово-сурьмянистого сплава предварительно переводят в раствор разложением в смеси разбавленной азотной и винной кислот.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 1293.6—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки.

Воздух, сжатый под давлением $5{,}07 \cdot 10^5$—$6{,}08 \cdot 10^5$ Па (5—6 кгс/см^2).

Ацетилен в баллонах.

Шкаф сушильный.

Весы лабораторные.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919, покрытая кварцевой пластинкой.

Посуда фторопластовая или кварцевая (чашки, стаканы, крышки и др.).

Стаканы стеклянные.

Пипетки по НТД, вместимостью 1, 2, 5 и 10 см^3.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 50, 100, 250 и 1000 см^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дважды перегнанная в кварцевом аппарате или очищенная на ионнообменной колонке.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 2,7 М.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125, растворы 1:3 и 1:6.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, марки не ниже ч. д. а.

Стандартные растворы кальция.

Раствор А, содержащий 1 мг/см^3 кальция: углекислый кальций просушивают 1 ч в сушильном шкафу при 100 °С, затем помещают в эксикатор. Из остывшего порошка углекислого кальция берут навеску массой 2,4972 г, помещают в стеклянный стакан, растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

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

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до объема дистиллированной водой и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 100 мкг кальция.

Раствор В: 10 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до объема дистиллированной водой и перемешивают. 1 см³ раствора В содержит 10 мкг кальция.

Раствор Г: 10 см³ раствора В переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до объема дистиллированной водой и перемешивают. 1 см³ раствора Г содержит 1 мкг кальция.

Растворы для построения градуировочного графика, содержащие 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5 и 10 мкг/см³ кальция, готовят из стандартных растворов Б, В и Г согласно таблице 1.

Содержание кальция в растворе для построения градуировочного графика, мкг/см³	Количество стандартного раствора, см³			Объем раствора для построения градуировочного графика, см³
	Б	В	Г	
0,1	—	—	5	50
0,2	—	—	10	50
0,5	—	2,5	—	50
1	—	5	—	50
2	2	—	—	100
5	5	—	—	100
10	10	—	—	100

В эти же колбы вместимостью 50 см³ (100 см³) добавляют по 5 см³ (10 см³) азотной кислоты, разбавленной 1:3, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и переливают в нестеклянную посуду (фторопластовую или кварцевую).

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Проба свинца поступает на анализ в виде стержней диаметром 7—10 мм, длиной 70—100 мм или стружки. В первом случае пробу отрезают резаком. Кусочек пробы или часть стружек (около 5 г) взвешивают на аналитических весах и записывают точную массу для дальнейших расчетов. Затем снимают загрязненную часть поверхности промыванием в течение 30 с в растворе азотной кислоты, разбавленной 1:3, для пробы в виде кусочка и 1:6 — для пробы в виде стружки.

Процедуру очистки пробы проводят следующим образом: пробу помещают в кварцевую чашку, наливают раствор кислоты так, чтобы он закрывал пробу. Через 30 с раствор кислоты сливают, а пробу промывают дистиллированной водой из промывалки, держа чашку наклонно. Затем пробу переносят во фторопластовый стакан или оставляют в кварцевой чашке, наливают 12 см³ раствора винной кислоты и 35 см³ разбавленной 1:3 азотной кислоты, закрывают крышкой и нагревают на плитке, покрытой кварцевой пластинкой, до полного разложения пробы. Разложенную пробу переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и переливают во фторопластовую или кварцевую посуду. При разложении проводят контрольный опыт.

Анализируемые пробы и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя и измеряют величину поглощения линии кальция на атомно-абсорбционном спектрофотометре. Используют два способа измерения величины поглощения в зависимости от модели прибора. На спектрофотометрах фирмы «Перкин-Элмер» измерение проводят в режиме «концентрация» методом «трех эталонов». На табло получают результаты в мкг/см³. На спектрофотометрах других моделей работают в режиме «поглощение» методом «ограничивающих растворов» с записью на самописце или без нее. Метод «ограничивающих растворов» заключается в получении отсчетов для раствора пробы и двух растворов для построения градуировочного графика, один из которых дает больший, а другой меньший отсчет по сравнению с отсчетом для раствора пробы. При измерении содержаний кальция $X \cdot 10^{-3}$ % желательно использовать самописец.

Разд. 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Если измерение проводилось на самописце, то линейкой измеряют длину пиков в миллиметрах и строят градуировочный график в координатах: концентрация кальция в растворе C в мкг/см³ — длина пиков L в мм. При измерении величины поглощения линии кальция по стрелочному прибору градуировочный график строят в координатах: концентрация кальция в растворе C в мкг/см³ — N показания стрелочного прибора.

Массовую долю кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — количество кальция, найденное по градуировочному графику, мкг/см^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m_1 — масса навески, мг;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов на микрограммы.

При расчетах необходимо учесть контрольную пробу, если содержание кальция в ней сравнимо с содержанием кальция в пробе свинца. Если содержание кальция в контрольной пробе значительно меньше содержания его в пробе свинца, то контрольной пробой пренебрегают.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать $0{,}2\bar{x}$, где $\bar{x}$ — среднее арифметическое параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. Требования безопасности — по ГОСТ 1293.6.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР
РАЗРАБОТЧИКИ
Р.Д. Коган, А.М. Нуштаева
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.10.78 № 2692
3. ВЗАМЕН ГОСТ 1293.8—67
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ

Обозначение НТД, на которые дана ссылка	Номер пункта, раздела	Обозначение НТД, на которые дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 1293.6—78	1.1, 5.1, 2	ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 11125—84	2
ГОСТ 4530—76	2	ГОСТ 14919—83	2
ГОСТ 5817—77	2	ГОСТ 25336—82	2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)
6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (октябрь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1983 г., ноябре 1987 г. (ИУС 4—84, 2—88)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 19.10.99. Подписано в печать 02.12.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,40. Тираж 112 экз. С4018. Зак. 964.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru