УДК 669.35'5:546.815.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ

Методы определения свинца

ГОСТ 1652.2—77

Copper-zinc alloys.
Methods for the determination of lead

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—07—01

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический и электрогравиметрический методы определения свинца (при массовой доле свинца от 0,5 до 5 %), полярографический метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,001 до 5 %), фотометрический метод определения свинца (от 0,005 до 1,0 %) и атомно-абсорбционный метод определения свинца (от 0,005 до 5,0 %) в медно-цинковых сплавах по ГОСТ 15527, ГОСТ 17711 и ГОСТ 1020.

Стандарт полностью соответствует ИСО 4749.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

2.1. Сущность метода

Метод основан на титровании свинца при pH 5,5—6,0 раствором трилона Б в присутствии ксиленолового оранжевого в качестве индикатора до перехода окраски из фиолетовой в желтую.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 1:50.

gost.e-ecolog.ru

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 технический по ГОСТ 18300.

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

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 250 г/дм³.

Свинец марки С0 по ГОСТ 3778.

Индикатор ксиленоловый оранжевый, препарат в смеси с хлористым натрием в соотношении 1:100, хорошо растертый.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

УСТАНОВКА МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРА ТРИЛОНА Б

0,1 г свинца растворяют в 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 40 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, обмывают стенки стакана водой и повторяют выпаривание до появления белого дыма серной кислоты. Затем раствор охлаждают, приливают 150 см³ воды и нагревают до кипения, после чего вновь охлаждают, приливают 40 см³ этилового спирта и оставляют на 4 ч. Далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.

Массовая концентрация раствора трилона Б (T), выраженный в граммах свинца на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

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

где m — масса навески свинца, г;

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

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Для сплавов, не содержащих кремния*

2 г сплава помещают в стакан вместимостью 300 см³, накрывают часовым стеклом и растворяют в 15 см³ смеси кислот при нагревании. После растворения сплава обмывают стекло, приливают 40 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, стенки стакана обмывают водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты.

Остаток охлаждают, приливают 150 см³ воды, нагревают до кипения и снова охлаждают. Затем приливают 40 см³ этилового спирта и оставляют на 4 ч. Выделившийся осадок сернокислого свинца отфильтровывают на плотный фильтр, стакан ополаскивают серной кислотой, разбавленной 1:50, и промывают осадок этой же кислотой до полного удаления двухвалентной меди (проба с железистосинеродистым калием), а затем два-три раза водой. Фильтр с осадком помещают в стакан, в котором велось осаждение. Приливают 15 см³ раствора уксуснокислого аммония, нагревают до кипения и кипятят 2 мин.

Раствор сливают в коническую колбу вместимостью 250 см³. В стакан с фильтром приливают два раза по 30 см³ горячей воды, каждый раз сливая раствор в ту же колбу. Снова в стакан с фильтром приливают 15 см³ раствора уксуснокислого аммония и повторяют обработку фильтра.

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

2.3.2. *Для сплавов, содержащих кремний*

2 г сплава помещают в платиновую чашку и растворяют в 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 1 см³ фтористоводородной кислоты. После растворения сплава раствор охлаждают, приливают 40 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, соли растворяют в воде и переводят раствор в стакан вместимостью 250 см³. Ополаскивают чашку водой так, чтобы объем не превышал 150 см³. Раствор нагревают и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

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

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

где V — объем раствора трилона Б, затраченный на титрование, $см^3$;

T — массовая концентрация раствора трилона Б, $г/см^3$;

m — масса навески сплава, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля свинца, %	d, %	D, %
От 0,001 до 0,003 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,003 » 0,005 »	0,0005	0,0007
» 0,005 » 0,010 »	0,001	0,0014
» 0,010 » 0,025 »	0,0025	0,0035
» 0,025 » 0,050 »	0,004	0,006
» 0,05 » 0,12 »	0,01	0,014
» 0,12 » 0,60 »	0,02	0,03
» 0,6 » 1,5 »	0,04	0,05
» 1,5 » 5,0 »	0,08	0,11

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

2.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО); или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. **(Измененная реакция, Изм. № 3).**

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

3.1. Сущность метода

Метод основан на предварительном отделении свинца от основ-

ных металлов соосаждением с гидроокисью железа в аммиачном растворе с последующим определением свинца полярографическим методом.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф типа ПО 5122 или ПТТ-1, или любой другой полярограф переменного тока.

Ячейка полярографическая, выполненная из стекла, с выносным анодом (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капающим катодом.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1 и 5 %-ный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота хлорная, ч.д.а.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и 2 %-ный раствор.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор 10 г/дм³ в 5 %-ном растворе соляной кислоты.

Свинец марки С0 по ГОСТ 3778.

Стандартные растворы свинца

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г свинца растворяют при нагревании в 30 см³ азотной кислоты, удаляют кипячением окислы азота, охлаждают, приливают 50 см³ воды, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г свинца.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ концентрированной соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г свинца; готовят непосредственно перед использованием.

Ртуть марки Р0 по ГОСТ 4658, обезвоженная.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, 30 %-ный раствор.

Кислота аскорбиновая.

Желатин, раствор 5 г/дм³ (свежеприготовленный).

Смесь кислот: концентрированные азотная и соляная кислоты в соотношении 1:3.

Аммоний хлористый по ГОСТ 2210.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Для всех сплавов, содержащих олово менее 0,05 %*

Навеску сплава (табл. 2) помещают в стакан вместимостью 250 см³, накрывают часовым стеклом и осторожно растворяют в 20 см³ смеси для растворения. При неполном растворении в стакан добавляют по каплям бром. Приливают к раствору 20 см³ хлорной кислоты и выпаривают раствор до осветления и появления густого белого дыма хлорной кислоты (объем оставшегося раствора не должен превышать 5 см³).

Охлаждают стакан, обмывают стенки стакана небольшим количеством воды, нагревают до растворения солей и добавляют воду до 100—150 см³.

3.3.2. *Для сплавов, содержащих олово свыше 0,05 %*

Навеску сплава массой (табл. 2) помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ смеси кислот и растворяют при нагревании. После растворения раствор охлаждают и добавляют воды до 100—150 см³.

Таблица 2

Массовая доля свинца в сплаве, %	Масса навески, г	Объем полярографируемого раствора, см³
От 0,001 до 0,003 включ.	1	40
Св. 0,003 » 0,01 »	1	20
» 0,01 » 0,025 »	1	10
» 0,025 » 0,05 »	0,5	5
» 0,05 » 0,1 »	0,5	2
» 0,1 » 0,5 »	0,1	5
» 0,5 » 2,5 »	0,1	2
» 2,5 » 5 »	0,1	1

3.3.3. К полученному раствору (см. п. 3.3.1 и 3.3.2) приливают 1 см³ раствора хлорного железа (при массовой доле железа в сплаве менее 0,5 %), добавляют 3 г хлористого аммония и раствор аммиака до окрашивания раствора в темно-синий цвет и сверх этого еще 5 см³ раствора аммиака и выдерживают при 60—70 °С в течение 20 мин.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности. Стакан и осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячим 2 %-ным раствором аммиака. Воронку с осадком помещают над стаканом, в котором производилось осаждение, растворяют осадок в 20 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, добавляя несколько капель перекиси водорода при наличии в сплаве марганца.

Фильтр промывают в 30 см³ горячей воды, раствор разбавляют до 125—150 см³ и повторяют осаждение.

После растворения осадка в 20 см³ горячей соляной кислоты (1:1) фильтр промывают 6 раз горячей водой, добавляют 3—5 см³ перекиси водорода и выпаривают досуха. К сухому остатку добавляют 5 см³ соляной кислоты (1:1), 3 см³ перекиси водорода и повторяют выпаривание. Охлажденный остаток растворяют в 5 см³ соляной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 0,5 см³ раствора желатина и аскорбиновую кислоту до исчезновения желтой окраски трехвалентного железа. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

Одновременно с определением свинца в сплаве проводят контрольный опыт со всеми реактивами по описанной выше методике.

3.3.4. Отбирают из колбы аликвотную часть раствора (см. табл. 2) и переносят в полярографическую ячейку, разбавляют водой до 20 см³ при массовой доле свинца свыше 0,01 %. Раствор в ячейке деаэрируют, пропуская азот в течение 5—7 мин, прекращают перемешивание и снимают катодную поляризационную кривую в интервале напряжений от минус 0,3 до минус 0,7 В. Пик восстановления свинца наблюдается в области минус 0,45 В. Чувствительность регистрирующего прибора выбирается таким образом, чтобы пик свинца был не менее 15 мм.

3.3.5. Содержание свинца находят методом стандартных добавок. Аликвотную часть раствора А или Б, в зависимости от содержания свинца, добавляют в полярографируемый раствор, перемешивают раствор 3 мин и далее анализ ведут, как при определении содержания свинца в испытуемом растворе (см. п. 3.3.4).

Значение стандартной добавки выбирают таким образом, чтобы высота пика свинца после введения добавки увеличилась в 1,5—2 раза.

3.3.1—3.3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю свинца (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(h_1 - h) \cdot V \cdot C}{(h_2 - h_1) \cdot m},$$

где h — высота пика свинца при полярографировании раствора контрольного опыта, мм;

h_1 — высота пика свинца при полярографировании испытуемого раствора, мм;

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

V — объем стандартной добавки, мм;

C — концентрация стандартного раствора, г/см^3;

m — масса навески сплава, взятая для полярографирования, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

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

3.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.3, 3.4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

4.1. Сущность метода

Метод основан на экстракции свинца из щелочной тартратной среды хлороформом в виде диэтилдитиокарбамината, замещении в экстракте свинца медью, встряхивании экстракта с избытком водного раствора сернокислой меди и измерений оптической плотности полученного хлороформного раствора диэтилдитиокарбамината меди.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 400 г/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 500 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:50.

Диэтилдитиокарбаминат натрия по ГОСТ 8864, водный раствор 10 г/дм³.

Фенолфталеин, раствор 10 г/дм³ в этаноле.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Медь сернокислая безводная раствор 50 г/дм³.

Хлороформ.

Свинец по ГОСТ 3778, марки С0.

Стандартные растворы свинца

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г свинца растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. После удаления окислов азота кипячением раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г свинца.

Раствор Б; готовят следующим образом: переносят 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г свинца.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Железо, стандартный образец № 126 (сталь низкоуглеродистая).

Раствор азотнокислого железа; готовят растворением 1,005 г стандартного образца № 126 в 15 см³ концентрированной азотной кислоты с последующим разбавлением раствора водой до 1 дм³.

1 см³ раствора содержит 0,001 г железа.

Кислота хлорная.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения, свежеприготовленная: смешивают бромистоводородную кислоту с бромом в соотношении 9:1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1,

и 2 см³ соляной кислоты. Раствор разбавляют водой до 150 см³, добавляют 5 г хлористого аммония и 30 см³ раствора азотнокислого железа (для сплавов с массовой долей менее 0,5 % железа), нагревают до 80—90 °С и добавляют аммиак до перехода всей меди в растворимый аммиачный комплекс. Осадку дают скоагулироваться в теплом месте в течение 20—30 мин, после чего осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и отмывают от меди горячим раствором аммиака, разбавленным 1:50. Осадок растворяют в 10 см³ горячей азотной кислоты, разбавленной 1:1, и повторяют осаждение гидроокисей, растворение и промывание осадка до исчезновения ионов меди в фильтрате (проба с диэтилдитиокарбаматом натрия в хлороформе).

Осадок растворяют в 10 см³ горячей азотной кислоты, разбавленной 1:1, в стакан, в котором производилось осаждение, и кипятят до удаления окислов азота. При содержании свинца менее 0,01 % на экстракцию используют весь раствор, при содержании свинца более 0,01 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть раствора 25 см³ (при массовой доле свинца от 0,01 до 0,05 %), 10 см³(при массовой доле свинца от 0,05 до 0,2 %) или 5 см³ (при массовой доле свинца от 0,2 до 0,5 %) или 2,5 см³ (при массовой доле свинца от 0,5 до 1 %) переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³. Раствор в воронке разбавляют водой до 100 см³, добавляют 15 см³ раствора винной кислоты, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия по фенолфталеину до появления розовой окраски и сверх этого добавляют еще 3—5 см³ раствора гидроокиси натрия. Затем прибавляют 5 см³ раствора диэтилдитиокарбамината натрия, 15 см³ хлороформа и экстрагируют свинец в виде диэтилдитиокарбамината, встряхивая 5 мин. Нижний хлороформный слой сливают в другую делительную воронку так, чтобы в края воронки не попал водный раствор. К оставшейся водной фазе прибавляют 5 см³ хлороформа и встряхивают 3 мин. Хлороформный слой присоединяют к основному экстракту и прибавляют 20 см³ раствора сернокислой меди и встряхивают 5 мин. Окрашенный хлороформный слой переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, в которую уже добавлено 0,2 г сернокислого натрия. Хлороформный раствор в мерной колбе доливают хлороформом до метки и измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны 435 нм или на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной слоя 1 или 2 см с синим светофильтром. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.1а. При массовой доле олова в сплаве свыше 0,1 % навеску пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 20 см³ смеси для растворения и растворяют при нагревании. При неполном растворении добавляют бром по каплям. Затем добавляют 10—15 см³ хлорной кислоты и выпаривают раствор до осветления и появления густого белого дыма хлорной кислоты (объем оставшегося раствора не должен превышать 5 см³). После охлаждения ополаскивают стенки стакана водой, нагревают до растворения солей, раствор разбавляют водой до объема 150 см³, добавляют 5 г хлористого аммония и далее поступают, как указано в п. 4.3.1.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4.3.2. *Построение градуировочного графика*

В делительные воронки вместимостью по 250 см³ вносят 0; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, разбавляют водой до 100 см³, добавляют по 15 см³ раствора винной кислоты и далее анализ ведут, как указано в п. 4.3.1.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю свинца (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

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

m_1 — масса навески сплава, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

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

4.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

4.4.3, 4.4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

5.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте или в смеси азотной и соляной кислот и измерении атомной абсорбции свинца в пламени ацетилена — воздух при длине волны 283,3 нм.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр.

Лампа с полым катодом или другой источник резонансного излучения для свинца.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Смесь кислот азотной и соляной в соотношении 1:3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Ацетилен по ГОСТ 5475.

Свинец по ГОСТ 3778.

Стандартный раствор свинца: 1 г свинца растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,001 г свинца.

Медь по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 см³ азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,1 г меди.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. При определении свинца используют навески сплава, указанные в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля свинца, %	Масса навески сплава, г	Объем кислоты для растворения, см³
От 0,005 до 0,05 включ.	3	30
Св. 0,05 » 0,2 »	1	15
» 0,2 » 5 »	0,1	10

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3.2. *Анализ сплавов, не содержащих олова и кремния*

Навеску сплава растворяют при нагревании в азотной кислоте (1:1) (см. табл. 3). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

5.3.3. *Анализ сплавов, содержащих олово*

Навеску сплава растворяют при нагревании в смеси кислот (см. табл. 3). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

5.3.4. *Анализ сплавов, содержащих кремний*

Навеску сплава помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в азотной кислоте (1:1) (см. табл. 3) и 3 см³ фтористоводородной кислоты. Раствор упаривают до объема 3—4 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты (1:1) и снова упаривают до объема 3—4 см³. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

5.3.5. *Приготовление градуировочных растворов*

В одиннадцать из двенадцати мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5 и 5,0 см³ стандартного раствора свинца, что соответствует 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5 и 5,0 мг свинца. Если масса навески сплава составляет 1 или 3 г, во все колбы добавляют по 10 или по 30 см³ стандартного раствора меди и доливают водой до метки.

5.3.6. Измеряют атомную абсорбцию свинца в растворах анализируемых сплавов и в градуировочных растворах, регистрируя аналитические сигналы. По полученным значениям строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где c_1 — концентрация свинца в анализируемом растворе сплава, найденная по градуировочному графику, г/см³;

c_2 — концентрация свинца в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески сплава, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

5.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полу-

ченных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

5.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

5.4.2—5.4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

6. ЭЛЕКТРОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

6.1. Сущность метода

Метод основан на выделении свинца электролитически в виде его двуокиси на аноде и взвешивании выделившегося осадка двуокиси свинца.

6.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Электролизная установка постоянного тока.

Платиновые сетчатые электроды по ГОСТ 6563.

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

6.3. Проведение анализа

6.3.1. *Анализ сплавов, не содержащих олова*

Навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 10 см^3 азотной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения сплава и удаления оксидов азота стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 15 см^3 азотной кислоты (1:1), разбавляют раствор до 100—150 см^3 водой.

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 считают законченным. Не выключая тока, быстро удаляют стакан с электро-

литом и промывают электроды, подставляя по очереди три стакана с дистиллированной водой. Выключают ток, снимают анод с осадком двуокиси свинца, высушивают его при 160—170 °С в течение 20—30 мин до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

6.3.2. *Анализ сплавов, содержащих олово*

Навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 15 см³ азотной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения сплава стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой и раствор упаривают до 5—10 см³. К остатку добавляют 60—70 см³ горячей воды и раствор с осадком выдерживают при 60—70 °С в теплом месте или на водяной бане 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 (1:100) 5—6 раз. В фильтрат добавляют 10 см³ азотной кислоты (1:1), разбавляют водой 100—150 см³ и проводят электролиз, как указано в п. 5.3.1.

6.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 0{,}8661 \cdot 100}{m_2},$$

где m — масса анода с выделившимся осадком двуокиси свинца, г;

m_1 — масса анода, г;

0,8661 — коэффициент пересчета двуокиси свинца на свинец;

m_2 — масса навески, г.

6.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

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

6.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным об-

разцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

6.4.2—6.4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

Ю.Ф. Шевакин, М.Б. Таубкин, А.А. Немодрук, Н.В. Егиазарова (руководитель темы), **И.А. Воробьева**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.04.77 № 1062**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 1652.2—71**

4. **Стандарт полностью соответствует ИСО 4749—84**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—91	2.4.4, 3.4.4, 4.4.4, 5.4.4, 6.4.4
ГОСТ 859—78	5.2
ГОСТ 1020—77	Вводная часть
ГОСТ 1652.1—77	1.1
ГОСТ 2062—77	3.2

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 2210—73	3.2
ГОСТ 3117—78	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 3760—79	3.2, 4.2
ГОСТ 3773—72	4.2
ГОСТ 3778—77	2.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 4109—79	3.2, 4.2
ГОСТ 4147—74	3.2
ГОСТ 4166—76	4.2, 5.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2, 5.2
ГОСТ 4207—75	2.2
ГОСТ 4233—77	2.2
ГОСТ 4328—77	4.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2, 6.2
ГОСТ 4658—73	3.2
ГОСТ 5475—69	5.2
ГОСТ 5817—77	4.2
ГОСТ 6563—75	6.2
ГОСТ 8864—71	4.2
ГОСТ 9293—74	3.2
ГОСТ 10484—78	5.2
ГОСТ 10652—73	2.2
ГОСТ 10929—76	3.2
ГОСТ 14261—77	3.2
ГОСТ 15527—70	Вводная часть
ГОСТ 17711—93	Вводная часть
ГОСТ 18300—87	2.2, 4.2
ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4, 3.4.4, 4.4.4, 5.4.4, 6.4.4.

6. Постановлением Госстандарта от 28.12.92 № 1525 снято ограничение срока действия

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в ноябре 1987 г., октябре 1990 г., декабре 1992 г. (ИУС 2—88, 2—90, 3—93)

gost.e-ecolog.ru