ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА, КАДМИЯ, СВИНЦА, ВИСМУТА И ОЛОВА

ГОСТ 6689.16—92

Издание официальное

БЗ 5—92/641

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.245:543.06:006.345 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

Методы определения цинка, кадмия, свинца, висмута и олова

ГОСТ 6689.16—92

Nickel, nickel and copper-nickel alloys. Methods for the determination of zinc, cadmium, lead, bismuth and tin

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает полярографические и вольтамперометрические методы определения цинка (при массовой доле цинка от 0,0005 до 0,6 %), кадмия (при массовой доле кадмия от 0,0001 до 0,003 %), свинца (при массовой доле свинца от 0,0002 до 0,02 %), висмута (при массовой доле висмута от 0,0001 до 0,005 %) и олова (при массовой доле олова от 0,0001 до 0,003 %) в никеле, никелевых и медно-никелевых сплавах, по ГОСТ 492 и ГОСТ 19241.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением разд. 1 ГОСТ 6689.1.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ, ЦИНКА, СВИНЦА И ВИСМУТА

2.1. Сущность метода

Метод основан на предварительном отделении кадмия, цинка, свинца и висмута от основных компонентов сплавов методом ионообменной хроматографии и последующем их полярографическом определении. При массовой доле примесей менее 0,0005 % определение проводят методом инверсионной вольтамперометрии, а при массовой доле более 0,0005 % используют метод осциллографической или переменнотоковой полярографии.

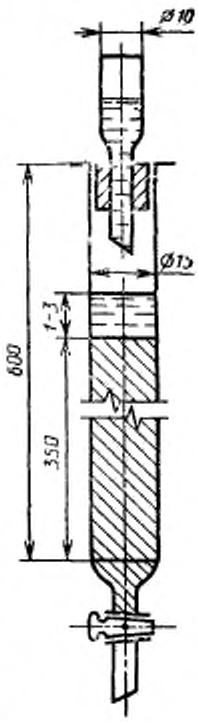
Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колонки хроматографические, выполненные из стекла, высотой 600 мм и диаметром 15 мм (см. чертеж).



Полярограф переменного тока ППТ-1 или осциллографический полярограф ПО-5122. Допускается применение полярографов других марок.

Ячейка полярографическая, вместимостью 30—40 см³, выполненная из стекла с выносным электродом сравнения (насыщенный каломельный электрод) и с ртутным пленочным электродом или ртутным капающим электродом. При наличии полярографа ППТ-1 ртутный пленочный электрод может быть заменен стационарным ртутным капельным электродом, прилагаемым к прибору.

Электрод ртутный пленочный: приготовление см. ГОСТ 6689.12.

Смола ионообменная АВ-17 или АН-31 по НТД.

Вата стеклянная.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1, раствор 2 моль/дм³ и 3 %-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 14262 и раствор 1 моль/дм³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, 40 %-ный раствор.

Вода бидистиллированная.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор 200 г/дм³.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор.

Калия гидроокись, раствор 50 и 100 г/дм³.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, щелочной раствор 100 г/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 10 г/дм³.

Ртуть марки РО по ГОСТ 4658, не содержащая влаги и очищенная от окисных пленок (см. ГОСТ 6689.1).

Калий хлористый ос. ч., раствор 1 моль/дм³.

Цинк марки ЦО по ГОСТ 3640.

Стандартные растворы цинка

Раствор А: 0,1 г цинка растворяют в стакане вместимостью 200 см³ при нагревании в 30 см³ соляной кислоты (1:1), перено-

сят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г цинка.

Раствор Б: 10 см³ раствора А выпаривают почти досуха, растворяют остаток в 20 см³ 1 моль/дм³ раствора хлористого калия при слабом нагревании, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки раствором 1 моль/дм³ хлористого калия; готовят непосредственно перед измерениями.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г цинка.

Свинец марки СО по ГОСТ 3778.

Стандартные растворы свинца

Раствор А: 0,1 г свинца растворяют в 30 см³ азотной кислоты (1:1), удаляют кипячением окислы азота, охлаждают, приливают 50 см³ воды, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г свинца.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ концентрированной соляной кислоты и доливают до метки водой. Раствор Б готовят непосредственно перед измерениями.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г свинца.

Кадмий марки Кд0 по ГОСТ 1467.

Стандартные растворы кадмия

Раствор А: 0,1 г кадмия растворяют в стакане вместимостью 200 см³ при нагревании в 30 см³ азотной кислоты (1:1), удаляют кипячением окислы азота, приливают 50 см³ воды, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г кадмия.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г кадмия.

Раствор В: 10 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ концентрированной соляной кислоты и доливают до метки водой.

1 см³ раствора В содержит 0,000001 г кадмия.

Растворы Б и В готовят непосредственно перед измерениями.

Висмут марки Ви0 по ГОСТ 10928.

Стандартные растворы висмута

Раствор А: 0,1 г висмута растворяют в стакане вместимостью 100 см³ при нагревании в 30 см³ азотной кислоты (1:1), кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, приливают 50 см³ воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г висмута.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г висмута.

Раствор В: 10 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ концентрированной соляной кислоты, доливают до метки водой.

1 см³ раствора В содержит 0,000001 г висмута.

Растворы Б и В готовят непосредственно перед измерениями.

2.2.1. *Подготовка хроматографических колонок к работе*

50 г анионита АВ-17 или АН-31 (мелкая фракция) помещают в стакан вместимостью 500 см³ и заливают 400 см³ раствора хлористого калия. Смолу выдерживают в растворе 20—24 ч при комнатной температуре. Сливают раствор и промывают смолу декантацией 3 %-ным раствором соляной кислоты до полного удаления железа (отсутствие реакции с роданистым калием). Смолу последовательно промывают 50 г/дм³, а затем 100 г/дм³ растворами гидроокиси калия до полного удаления хлорид-ионов (отсутствие реакции с нитратом серебра). Промывают смолу дистиллированной водой до слабощелочной реакции промывной жидкости и затем обрабатывают смолу тремя порциями 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты до 100 см³ каждая

В нижнюю часть ионообменной колонки помещают тампон из стеклянной ваты, заполняют колонку слоем смолы высотой 30—32 см, при этом тщательно следят, чтобы пузырьки воздуха не задерживались между зернами смолы.

После заполнения колонок через смолу пропускают 50 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты.

Перед проведением анализа слой раствора соляной кислоты над смолой должен быть 1—2 см. В процессе работы и хранения смола в колонках должна оставаться под слоем жидкости не менее 2 см.

По окончании хроматографического разделения компонентов сплава и их элюирования смолу регенерируют промыванием водой до слабокислой реакции pH 3 (по универсальной индикаторной бумаге), а затем пропусканием 50 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава 2 г при массовой доле цинка менее 0,02 % и 0,2 г при массовой доле цинка свыше 0,02 % растворяют при нагревании в стакане вместимостью 200 см³, накрытым часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой, в 30 см³ азотной кислоты (1:1). После удаления окислов азота кипячением стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, ра-

створ выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 10 см³ концентрированной соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Обработку сухого остатка концентрированной соляной кислотой повторяют три раза, после чего сухой остаток растворяют в 40 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и пропускают раствор через колонку с ионообменной смолой со скоростью не более 3 см³/мин. Скорость пропускания раствора регулируют краном или зажимом в нижней части колонки. После пропускания пробы ополаскивают стакан двумя порциями по 20 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты, которые также пропускают через колонку. Промывают колонку 2 моль/дм³ раствором соляной кислоты до полного удаления никеля (проба с щелочным раствором диметилглиоксима) и десорбируют кадмий, цинк и свинец 200 см³ воды со скоростью не более 2 см³/мин в стакан вместимостью 300 см³. Затем десорбируют висмут 250 см³ 1 моль/дм³ раствора серной кислоты в стакан вместимостью 300 см³.

Раствор после десорбции цинка, кадмия и свинца выпаривают досуха, а раствор после десорбции висмута до объема 20—25 см³.

Растворяют сухой остаток в 10—15 см³ 1 моль/дм³ раствора хлористого калия при слабом нагревании, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доливают до метки 1 моль/дм³ раствором хлористого калия.

Раствор, содержащий висмут, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доливают до метки водой. Одновременно проводят контрольный опыт через весь ход анализа.

Таблица 1

Массовая доля цинка, %	Аликвотная часть раствора, взятая на полярографирование, см³
От 0,0005 до 0,02 включ.	25
Св. 0,02 » 0,06 »	15
» 0,06 » 0,2 »	10
» 0,2 » 0,6 »	3

2.3.2. *Для сплавов, содержащих вольфрам*

Навеску сплава массой 2 г растворяют при нагревании в стакане вместимостью 300 см³, накрытом часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой, в 30 см³ азотной кислоты (1:1). После удаления окислов азота кипячением стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, упаривают раствор до сиропообразного состояния и разбавляют водой до 70—80 см³.

Раствор нагревают до 70—80 °С и фильтруют через плотный фильтр. Остаток на фильтре промывают 3—4 порциями по 50 см³ горячего 2 %-ного раствора азотной кислоты. Осадок выбрасывают. Раствор выпаривают досуха, растворяют остаток в 10 см³

концентрированной соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

2.3.3. *Для сплавов, содержащих кремний, хром и титан*

Навеску сплава массой 2 г помещают в платиновую чашку и растворяют в 20 см³ азотной кислоты (1:1) и 5 см³ фтористоводородной кислоты при нагревании. Охлаждают раствор, добавляют 5 см³ серной кислоты и упаривают до появления дыма серной кислоты. Соли растворяют в воде, переводят раствор в стакан вместимостью 300 см³, выпаривают досуха, растворяют сухой остаток в 10 см³ концентрированной соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

2.3.4. *Определение свинца и кадмия методом инверсионной вольтамперометрии*

10 см³ раствора, содержащего цинк, свинец и кадмий после десорбции, переносят в полярографическую ячейку со стационарным ртутным электродом и деаэрируют раствор током азота в течение 4—6 мин. Устанавливают на полярографе напряжение минус 1,0 В и проводят электролиз при перемешивании раствора в течение 1 мин (при массовой доле свинца и кадмия свыше 0,0003 %) и 3 мин (при массовой доле кадмия и свинца менее 0,0003 %). По окончании электролиза прекращают перемешивание, дают раствору успокоиться 15—12 с и фиксируют анодную вольтамперограмму в интервале от минус 1,0 до минус 0,2 В, регистрируя пики электрорастворения кадмия при минус 0,6, свинца — при минус 0,45 В.

Чувствительность полярографа выбирают таким образом, чтобы при данном времени электролиза высота регистрируемых пиков была не менее 10 мм.

После регистрации вольтамперограммы электрод выдерживают при потенциале 0,0 В в течение 1 мин в перемешиваемом растворе, после чего повторяют измерение. При работе со стандартным капельным электродом для каждого измерения получают новую каплю ртути.

2.3.5. *Полярографическое определение кадмия, свинца и цинка при массовой доле цинка менее 0,02 %*

Аликвотную часть 25 см³ раствора, содержащего цинк, кадмий и свинец, переносят в полярографическую ячейку с ртутным капающим электродом и деаэрируют током азота в течение 4—6 мин. Прекращают перемешивание и фиксируют полярограмму в интервале от минус 0,2 до минус 1,3 В, регистрируя волны (пики) восстановления свинца - - при минус 0,4 В, кадмия — минус 0,65 В и цинка — минус 1,0 В.

Чувствительность полярографа выбирают таким образом, чтобы высота волн (пиков) восстановления металлов была не менее

10 мм. При работе с полярографом ПО-5132 измерения проводят при скорости 0,5—1 В/с в режиме «диф. 2».

2.3.6. *Полярографическое определение цинка при массовой доле цинка свыше 0,02 %.*

Аликвотную часть раствора (см. табл. 1), полученную после десорбции цинка, переносят в полярографическую ячейку. При массовой доле цинка свыше 0,02 % в ячейку предварительно заливают 10—15 см³ 1 моль/дм³ раствора хлористого калия.

Определение ведут, как указано в п. 2.3.5, без регистрации волн (пиков) восстановления кадмия и свинца.

2.3.7. *Определение висмута методом инверсионной вольтамперометрии.*

Аликвотную часть (25 см³) сернокислого раствора, полученного после десорбции висмута, помещают в полярографическую ячейку со стационарным ртутным электродом, добавляют 2 см³ концентрированной соляной кислоты и деаэрируют раствор током азота в течение 4—6 мин. Устанавливают на полярографе напряжение минус 0,4 В и проводят электролиз в течение 1 мин при перемешивании раствора. По окончании электролиза прекращают перемешивание и дают раствору успокоиться 15—20 с, после чего фиксируют анодную вольтамперограмму в интервале от минус 0,4 до плюс 0,1 В, регистрируя анодный пик висмута при минус 0,07 В.

Чувствительность полярографа выбирают таким образом, чтобы высота пика висмута была не менее 10 мм.

Электрод выдерживают при напряжении плюс 0,1 В в течение 1 мин в перемешиваемом растворе, после чего повторяют измерение. При работе со стационарным капельным электродом после каждого измерения получают новую ртутную каплю.

2.3.8. *Полярографическое определение висмута*

25 см³ сернокислого раствора, полученного после десорбции висмута, переносят в полярографическую ячейку с ртутным капающим электродом, добавляют 2 см³ концентрированной соляной кислоты и деаэрируют током азота в течение 4—6 мин. Прекращают перемешивание и фиксируют полярограмму от 0,0 до минус 0,4 В, регистрируя волну (пик) восстановлением висмута при минус 0,12 В.

Чувствительность полярографа выбирают таким образом, чтобы высота волны (пика) висмута была не менее 10 мм.

При работе с полярографом ПО-5122 определение проводят в режиме «диф. 2» при скорости 0,25 В/с.

2.4. Определение кадмия, свинца, цинка и висмута методом добавок

При определении кадмия и свинца методом инверсионной вольтамперометрии 0,1—0,5 см³ стандартного раствора Б или В каждого из металлов добавляют в полярографическую ячейку с

анализируемым раствором. Раствор перемешивают током азота 1—2 мин и далее проводят измерение, как указано в п. 2.3.4.

При определении висмута методом инверсионной вольтамперометрии 0,1—0,5 см³ стандартного раствора Б или В висмута добавляют в полярографическую ячейку с анализируемым раствором. Раствор перемешивают 1—2 мин током азота и далее проводят измерение, как указано в п. 2.3.7.

При полярографическом определении цинка, кадмия и свинца 0,1—0,5 см³ стандартных растворов А указанных металлов добавляют в полярографическую ячейку с анализируемым раствором. Раствор перемешивают 1—2 мин током азота и далее проводят измерение, как указано в п. 2.3.5.

При полярографическом определении висмута 0,1—0,5 см³ стандартного раствора А висмута добавляют в полярографическую ячейку с анализируемым раствором. Раствор перемешивают 1—2 мин током азота и далее проводят измерение, как указано в п. 2.3.8.

Величину добавки выбирают таким образом, чтобы высота волн (пиков) кадмия, свинца, цинка и висмута увеличивались в 2—3 раза по сравнению с волнами (пиками) соответствующих металлов для анализируемого раствора.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю цинка, кадмия, свинца и висмута (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где h_1 — высота волны (пика) цинка, кадмия, свинца и висмута для анализируемого раствора, мм;

h_x — высота волны (пика) свинца, цинка, кадмия и висмута в контрольном опыте, мм;

C — концентрация стандартного раствора, г/см³;

V — объем добавки, см³;

h_2 — высота волны (пика) цинка, кадмия, свинца и висмута после введения добавки, мм;

m — масса навески сплава, соответствующая аликвотной части анализируемого раствора, взятой на полярографирование, г.

2.5.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

2.5.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых спла-

вов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок, в соответствии с ГОСТ 25086.

Таблица 2

Массовая доля цинка, кадмия, свинца, висмута и олова, %	Допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,0001 до 0,005 включ.	0,00008	0,0001
Св. 0,005 » 0,001 »	0,0002	0,0003
» 0,001 » 0,003 »	0,0003	0,0004
» 0,003 » 0,006 »	0,0006	0,0008
» 0,006 » 0,010 »	0,001	0,001
» 0,01 » 0,03 »	0,002	0,003
» 0,03 » 0,06 »	0,005	0,007
» 0,06 » 0,10 »	0,01	0,01
» 0,10 » 0,30 »	0,02	0,03
» 0,30 » 0,60 »	0,05	0,07

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА, ВИСМУТА И ОЛОВА

3.1. Сущность метода

Метод основан на предварительном отделении свинца, висмута и олова от основных компонентов сплава соосаждением с гидроокисью железа в аммиачном растворе и последующем полярографическом определении свинца и висмута на фоне 1 моль/дм³ раствора хлористого аммония, содержащего 200 г/дм³ лимонной кислоты или на фоне 1 моль/дм³ соляной кислоты с хинолином, а также свинца и олова на фоне 0,5 моль/дм³ щавелевой кислоты в присутствии метиленового голубого.

При массовой доле свинца, олова и висмута менее 0,0005 % их определение проводят методом инверсионной вольтамперометрии с ртутным стационарным электродом. При массовой доле свинца, олова и висмута свыше 0,0005 % их определяют полярографически с ртутным капающим электродом.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного тока ППТ-1 или осциллографический полярограф ПО-5122.

Ячейка полярографическая вместимостью 30—40 см³, выполненная из стекла, с выносным электродом сравнения (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капающим или ртутным стационарным электродом.

Электрод ртутный пленочный (см. ГОСТ 6689.15). При наличии полярографа ППТ-1 пленочный электрод может быть заменен

стационарным капельным ртутным электродом, прилагаемым к прибору.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и 5 %-ный раствор.

Смесь кислот для растворения: концентрированных азотной и соляной кислот в соотношении 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, 40 %-ный раствор.

Кислота аскорбиновая по нормативно-технической документации, раствор 5 г/дм³.

Водорода перекись по ГОСТ 177, 30 %-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, 1 %-ный раствор.

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

Хинолин по ТУ 6—09—4325—76.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 1 моль/дм³.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 200 г/дм³.

Фоновый электролит, содержащий 1 моль/дм³ хлористого аммония и 200 г/дм³ лимонной кислоты.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, раствор 0,5 моль/дм³.

Метиленовый голубой, раствор 0,001 моль/дм³.

Свинец марки С0 по ГОСТ 3778.

Стандартные растворы свинца (см. п. 2.2).

Висмут марки Ви100 по ГОСТ 10928.

Стандартные растворы висмута (см. п. 2.2).

Олово марки 00 по ГОСТ 860.

Стандартные растворы олова

Раствор А: 0,1 г олова помещают в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 0,75 г хлористого натрия, 15 см³ концентрированной соляной кислоты, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и по каплям вводят перекись водорода до полного растворения металла при нагревании. К полученному раствору приливают 20—30 см³ воды, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 50 см³ концентрированной соляной кислоты и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г олова.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ концентрированной соляной кислоты и доливают до метки водой.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г олова.

Раствор В: 10 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ концентрированной соляной кислоты, доливают до метки водой.

1 см³ раствора В содержит 0,000001 г олова.

Растворы Б и В готовят непосредственно перед измерением.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Ртуть марки Р0 по ГОСТ 4658, не содержащая влаги и очищенная от окисных пленок (см. ГОСТ 6689.1).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Для сплавов, не содержащих хром, титан и кремний*

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 200—250 см³, добавляют 15—20 см³ смеси кислот для растворения, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения навески ополаскивают стекло или пластинку и стенки стакана водой и разбавляют раствор водой до 130—150 см³.

К полученному раствору приливают 1 см³ раствора хлористого железа и добавляют раствор аммиаком до образования растворимых аммиачных комплексов никеля и меди и еще 5 см³ избытка аммиака.

Раствор выдерживают при 60—70 °С в течение 20 мин и фильтруют через фильтр средней плотности. Стакан и осадок на фильтре промывают 3—4 порциями по 25—30 см³ горячего 1 %-ного раствора аммиака. Воронку с фильтром помещают над стаканом, в котором велось осаждение, смывают осадок с фильтра в стакан 30 см³ горячей воды, промывают фильтр 20 см³ соляной кислоты (1:1) и раствор нагревают до полного растворения осадка. Разбавляют раствор в стакане водой до 130—150 см³ и повторяют осаждение еще два раза.

3.3.2. При определении свинца и висмута после трехкратного переосаждения осадок с фильтра смывают в стакан 20 см³ горячей воды, промывают фильтр 5 см³ раствора соляной кислоты (1:1), растворяют осадок в стакане в 15 см³ соляной кислоты (1:1) и выпаривают раствор досуха.

3.3.2.1. Сухой остаток растворяют в 20 см³ фонового электролита при слабом нагревании, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доливают до метки фоновым электролитом. Одновременно проводят контрольный опыт через весь ход анализа.

3.3.2.2. Сухой остаток растворяют в 10 см³ соляной кислоты (1:1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 1,5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 0,5 см³ хинолина и доливают до метки водой. Одновременно проводят контрольный опыт через весь ход анализа.

3.3.3. При определении свинца и олова после трехкратного переосаждения осадок с фильтра смывают в стакан 20 см³ горячей воды, промывают фильтр 15 см³ горячего 0,5 моль/дм³ раствора щавелевой кислоты и растворяют осадок при нагревании. Пе-

реносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доливают до метки 0,5 моль/дм³ раствором щавелевой кислоты. Одновременно проводят контрольный опыт через весь ход анализа.

3.3.4. *Для сплавов, содержащих хром и кремний*

Навеску сплава массой 1 г помещают в платиновую чашку, добавляют 20 см³ азотной кислоты (1:1), 5 см³ фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. Затем раствор охлаждают, добавляют 5 см³ серной кислоты и упаривают раствор до появления белого дыма серной кислоты. Растворяют полученные соли в воде, переводят раствор в стакан вместимостью 250 см³, разбавляют водой до 130—150 см³ и далее анализ проводят, как указано в пп. 3.1; 3.3.2 или 3.3.3.

3.4. Определение свинца и висмута методом инверсионной вольтамперометрии

Помещают в полярографическую ячейку со стационарным ртутным электродом 10—15 см³ фонового электролита, добавляют аликвотную часть (10 см³) анализируемого раствора и деаэрируют раствор в ячейке током азота в течение 4—6 мин.

Устанавливают на полярографе напряжение минус 0,8 В и проводят электролиз свинца и висмута при перемешивании раствора. При массовой доле свинца и висмута в сплаве менее 0,0003 % электролиз проводят 3—4 мин, а при более высоких содержаниях — 1 мин. По окончании электролиза прекращают перемешивание, дают раствору успокоиться 15—20 с, после чего фиксируют анодную вольтамперограмму при линейно изменяющемся потенциале электрода от минус 0,8 до 0,0 В, регистрируя пик свинца при минус 0,55 В и пик висмута при минус 0,15 В.

Чувствительность прибора при регистрации вольтамперограммы выбирают таким образом, чтобы высота регистрируемых пиков свинца и висмута была не менее 10 мм.

Подготовку электродов к последующему измерению проводят, как указано в п. 2.3.7. Содержание свинца и висмута находят методом добавок, как указано в п. 2.4, используя стандартные растворы Б или В свинца и висмута.

3.5. Определение свинца и олова методом инверсионной вольтамперометрии

Помещают в полярографическую ячейку 15 см³ моль/дм³ раствора щавелевой кислоты, добавляют аликвотную часть (5 см³) анализируемого раствора, добавляют 1—2 капли 0,001 моль/дм³ раствора метиленового голубого и деаэрируют раствор в ячейке в течение 4—6 мин током азота. Устанавливают на полярографе напряжение минус 0,8 В и проводят концентрирование свинца и олова в течение 1—3 мин на стационарном ртутном электроде в непрерывно перемешиваемом растворе. По окончании электролиза прекращают перемешивание, дают раствору успокоиться в тече-

ние 15—20 с, после чего регистрируют анодную поляризационную кривую при линейно изменяющемся потенциале электрода от минус 0,8 до минус 0,2 В, фиксируя пики электрорастворения олова при минус 0,65 и свинца — при минус 0,5 В.

Чувствительность прибора выбирают таким образом, чтобы высота регистрируемых пиков была не менее 10 мм.

Подготовку электродов к последующему измерению проводят, как указано в п. 2.3.7.

Содержание свинца и олова находят методом добавок, как указано в п. 2.4, используя стандартные растворы Б и В свинца и олова.

3.6. Полярографическое определение свинца и висмута

Аликвотную часть раствора (25 см³) по пп. 3.3.2.1 и 3.3.2.2 помещают в полярографическую ячейку с ртутным капающим электродом и деаэрируют раствор током азота в течение 4—6 мин. Снимают катодную поляризационную кривую от минус 0,05 до минус 0,7 В, регистрируя волны (пики) восстановления висмута при минус 0,15 В и свинца — при минус 0,5 В. При работе на полярографе ПО-5122 полярограмму снимают в режиме «диф. 2» и скорость 0,25 В/с. Чувствительность полярографа выбирают таким образом, чтобы высота регистрируемых пиков была не менее 10 мм.

Содержание свинца и висмута находят методом добавок, как указано в п. 2.4, используя стандартные растворы А свинца и висмута.

3.7. Полярографическое определение свинца и олова

Аликвотную часть щавелевокислого раствора (25 см³) переносят в полярографическую ячейку с ртутным капающим электродом, добавляют 1—2 капли 0,001 моль/дм³ раствора метиленового голубого и деаэрируют раствор в течение 4—6 мин током азота. Прекращают перемешивание и снимают катодную полярограмму, регистрируя волны (пики) восстановления свинца при минус 0,5 В и олова — при минус 0,65 В.

Чувствительность полярографа выбирают таким образом, чтобы высота регистрируемых пиков была не менее 10 мм.

Содержание свинца и олова находят методом добавок, как указано в п. 2.4, используя стандартные растворы А свинца и олова.

3.8. Обработка результатов

3.8.1. Массовую долю свинца, висмута и олова (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где h_1 — высота волны (пика) свинца, висмута или олова при полярографировании анализируемого раствора, мм;

h_x — высота волны (пика) свинца, висмута или олова в контрольном опыте, мм;

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

V — объем добавки, см^3;

h_2 — высота волны (пики) свинца, висмута или олова после введения в ячейку добавок, мм;

m — масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора, взятой на полярографирование, г.

3.8.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

3.8.3. Контроль точности результатов анализа проводят, как указано в п. 2.5.3.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. И. Боганова, И. А. Воробьева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Комитета по стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6689.16—80**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 8.315—91	2.5.3
ГОСТ 177—88	3.2
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 860—75	3.2
ГОСТ 1277—75	2.2
ГОСТ 1467—77	2.2
ГОСТ 3118—77	3.2
ГОСТ 3640—79	2.2
ГОСТ 3652—69	3.2
ГОСТ 3760—79	3.2
ГОСТ 3773—72	3.2
ГОСТ 3778—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4139—75	2.2
ГОСТ 4147—74	3.2
ГОСТ 4204—77	3.2
ГОСТ 4233—77	2.2
ГОСТ 4461—77	3.2
ГОСТ 4658—73	2.2, 3.2
ГОСТ 5828—72	2.2
ГОСТ 6689.1—92	Разд. 1, 3.2
ГОСТ 6689.12—92	2.2
ГОСТ 6689.15—92	3.2
ГОСТ 9293—74	2.2; 3.2
ГОСТ 10484—78	2.2; 3.2
ГОСТ 10928—90	2.2; 3.2
ГОСТ 11125—84	2.2
ГОСТ 14261—77	2.2
ГОСТ 14262—78	2.2
ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 22180—76	3.2
ГОСТ 25086—87	Разд. 1; 2.5.3
ТУ 6—09—4325—76	3.2

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Т. А. Васильева*

Сдано в наб. 29.06.92 Подп. в печ. 12.08.92 Усл. печ. л. 1,0. Усл. кр.-отт. 1,0. Уч.-изд. л. 1,06. Тираж 686 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1525

gost.e-ecolog.ru