МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

Издание официальное

БЗ 7—97

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Донецким государственным институтом цветных металлов (ДонИЦМ); Межгосударственным техническим комитетом МТК 107

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол №7 МГС от 26 апреля 1995 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 2 января 1997 г. №204 межгосударственный стандарт ГОСТ 25284.4—95 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1998 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 25284.4—82

© ИПК Издательство стандартов, 1997

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы определения свинца

Zinc alloys.
Methods for determination of lead

Дата введения 1998—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на цинковые сплавы и устанавливает фотометрический (при массовой доле свинца от 0,002 до 0,05 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле свинца от 0,0025 до 0,05 %) методы определения свинца в пробах этих сплавов.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3778—77 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5817—77 Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 8864—71 Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 25284.0—95 Сплавы цинковые. Общие требования к методам анализа

Издание официальное

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — согласно ГОСТ 25284.0.

4 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1 Сущность метода

Метод основан на экстрагировании хлороформом диэтилдитиокарбамата свинца из раствора пробы, замещении катиона свинца катионом меди и измерении оптической плотности хлороформного раствора диэтилдитиокарбамата меди при длине волны 430 нм.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 500 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 99.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Смесь кислот: азотную и соляную кислоты смешать в отношении 1 : 1.

Тиоацетамид по нормативной документации, раствор 20 г/дм^3.

Железо металлическое восстановленное по нормативной документации.

Раствор нитрата железа: 1 г металлического железа растворяют в 20 см^3 раствора азотной кислоты, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют водой до метки.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 14.

Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864, раствор 10 г/дм^3.

Меди сульфат безводный по ГОСТ 4165, раствор 50 г/дм^3.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 500 г/дм^3.

Свинец металлический — по ГОСТ 3778.

Стандартные растворы свинца

Раствор А: 0,1 г свинца растворяют в 20 см^3 раствора азотной кислоты, удаляют оксиды азота при кипячении, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят водой до метки и перемешивают.

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

Раствор Б: 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 0,00001 г свинца.

Фенолфталеин по нормативной документации, раствор в этаноле, 10 г/дм^3.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 25—30 см^3 соляной кислоты. По прекращении реакции растворения добавляют несколько капель азотной кислоты для полного растворения навески. Раствор выпаривают досуха, добавляют 50 см^3 воды, 30 см^3 раствора винной кислоты и по каплям аммиак до pH 2 (контроль pH проводят по универсальной индикаторной бумаге). К раствору приливают 1,5—2 см^3 соляной кислоты и воды до объема 150—200 см^3. Раствор нагревают до 90 °С и добавляют 10 см^3 раствора тиоацетамида. Раствор с осадком выдерживают в теплом месте на плите в течение 10—15 мин. Затем добавляют еще 10 см^3 раствора тиоацетамида и оставляют на 12 ч в теплом месте для полной коагуляции осадка.

Осадок сульфидов меди и свинца отфильтровывают, промывают 7—8 раз раствором соляной кислоты, осадок с фильтром помещают в фарфоровый тигель, озоляют и прокаливают в муфельной печи при температуре 600 °С. Прокаленный осадок охлаждают, растворяют в тигле в 5—6 см^3 смеси кислот, переводят раствор в стакан вместимостью 400 см^3. Доливают водой до 70 см^3, добавляют 30 см^3 раствора нитрата железа, прибавляют воды до 150—200 см^3, нагревают до 80—90°С и прибавляют аммиак до образования медно-аммиачного комплекса, помещают в теплое место на 15—20 мин до полной коагуляции осадка. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности («белая лента») и промывают сначала горячим раствором аммиака, затем 2—3 раза — горячей водой.

Воронку с осадком гидроксидов помещают в стакан, в котором проводили осаждение, и растворяют осадок на фильтре в 20 см^3 горячего раствора азотной кислоты, промывают фильтр 2—3 раза горячей водой. К раствору прибавляют воду до 150—200 см^3, нагревают до 80—90°С и проводят процедуру переосаждения до полного удаления меди из раствора (проверка раствором диэтилдитиокарбамата натрия в хлороформе на полноту удаления меди в фильтрате). После удаления меди из раствора осадок растворяют в 10 см^3 горячего

раствора азотной кислоты в стакане, в котором проводили осаждение. Раствор кипятят до удаления оксидов азота и охлаждают.

4.3.2 При массовой доле свинца от 0,002 до 0,01 % раствор переводят в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$.

4.3.3 При массовой доле свинца свыше 0,01 % раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

10 $см^3$ раствора помещают в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$.

4.3.4 В делительную воронку с раствором, полученным по 4.3.2 или 4.3.3, добавляют 100 $см^3$ воды, 20 $см^3$ раствора винной кислоты, 2—3 капли фенолфталеина и нейтрализуют раствором гидроксида натрия до появления розовой окраски и добавляют еще 5 $см^3$ раствора гидроксида натрия. Добавляют 5 $см^3$ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 15 $см^3$ хлороформа и встряхивают 5 мин.

После разделения фаз нижний хлороформный слой сливают в другую делительную воронку вместимостью 150 $см^3$ так, чтобы в воронку не попал водный раствор.

К оставшейся водной фазе прибавляют еще 5 $см^3$ хлороформа, встряхивают 3 мин и после разделения фаз хлороформный слой присоединяют к первому экстракту. К объединенным экстрактам добавляют 20 $см^3$ раствора нитрата меди и встряхивают 5 мин. После разделения фаз окрашенный хлороформный слой отделяют и фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, фильтр промывают хлороформом, доводят до метки хлороформом и перемешивают.

4.3.5 Для построения градуировочного графика в пять из шести делительных воронок вместимостью 250 $см^3$ каждая помещают 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 $см^3$ стандартного раствора Б. В каждую воронку добавляют воды до 100 $см^3$, 15 $см^3$ раствора винной кислоты и далее поступают, как указано в 4.3.4.

4.3.6 Измеряют оптическую плотность раствора пробы и растворов для построения градуировочного графика при длине волны 430 нм. Раствором сравнения служит раствор, приготовленный по 4.3.5 и не содержащий свинца.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы свинца строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности — масса свинца, г.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю свинца X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m_1 — масса свинца, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы или масса навески в аликвотной части раствора пробы, г.

4.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 В процентах

Массовая доля свинца	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений свинца	результатов анализа свинца
От 0,002 до 0,006 включ.	0,0006	0,0012
Св. 0,006 » 0,015 »	0,0017	0,003
» 0,015 » 0,05 »	0,0025	0,005

5 АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

5.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты и измерении атомной абсорбции свинца в пламени ацетилен-воздух при длине волны 283,3 или 217,0 нм.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1, и раствор 2 моль/дм^3.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Свинец металлический по ГОСТ 3778.

Стандартные растворы свинца

Раствор А: 0,5 г свинца растворяют в 20 $см^3$ раствора азотной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Раствор Б: 20 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ раствора (2 моль/$дм^3$) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

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

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навеску пробы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 300 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ раствора соляной кислоты (1 : 1). После окончания реакции растворения добавляют 2 $см^3$ пероксида водорода и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают.

5.3.2 При массовой доле свинца до 0,02 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

5.3.3 При массовой доле свинца свыше 0,02 % 25 $см^3$ раствора, приготовленного в соответствии с 5.3.2, помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

5.3.4 Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью 50 $см^3$ каждая помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 $см^3$ стандартного раствора Б. В каждую колбу добавляют по 10 $см^3$ раствора (2 моль/$дм^3$) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор, в который не введен свинец, служит раствором контрольного опыта.

5.3.5 Растворы пробы, контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию свинца при длине волны 283,3 нм или 217,0 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям свинца строят градуировочный график в координатах: значение атомной абсорбции — массовая концентрация свинца, г/$см^3$.

Массовую концентрацию свинца в растворе пробы и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю свинца X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (2)$$

где c_1 — массовая концентрация свинца в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

c_2 — массовая концентрация свинца в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

$V = 50$ — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы или масса навески в аликвотной части раствора пробы, г.

5.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

УДК 669.55:543.06:006.354 МКС 71.040.40 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: цинковые сплавы, свинец, фотометрический метод, диэтилдитиокарбамат меди, длина волны, атомно-абсорбционный метод

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.09.97. Подписано в печать 12.11.97.
Усл.печ.л. 0,70. Уч.-изд.л. 0,50. Тираж 309 экз. С1008. Зак. 734.

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

gost.e-ecolog.ru