МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ

Метод определения свинца

ГОСТ 23859.7—79

Bronze fire-resistance.
Method for the determination of lead

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 октября 1979 г. № 3937 срок введения установлен

с 01.01.81

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

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,002 до 0,05 %) в жаропрочных медных сплавах.

Метод основан на выделении свинца соосаждением гидроокисью железа (III) в аммиачной среде и последующим определением его на полярографе переменного тока на фоне 1 моль/дм^3 фосфорной кислоты. Максимум тока восстановления свинца регистрируется при минус 0,55 В.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнением по ГОСТ 23859.1—79, разд. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф переменного тока ППТ-1.

Ячейка полярографическая (вместимостью 40 см^3), выполненная из стекла с выносным анодом (насыщенным каломельным электродом) и ртутным капающим электродом.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:50.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80 и 1 моль/дм^3 раствор.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор 10 г/дм^3 в соляной кислоте, разбавленной 5:100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 5:100.

Кислота хлорная.

Свинец марки С0 по ГОСТ 3778—98.

Стандартные растворы свинца.

Раствор А. 0,1 г свинца растворяют при нагревании в 30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Окислы азота удаляют кипячением, раствор охлаждают, приливают 50 см^3 воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой 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, добавляют 4 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г свинца.

Ртуть марки РО по ГОСТ 4658—73, не содержащая влаги.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1985 г., марте 1990 г. (ИУС 9—85, 7—90).

gost.e-ecolog.ru

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. *Для бронз, содержащих хром*

Навеску сплава массой 1 г помещают в платиновую чашку, добавляют 20 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 10 $см^3$ фтористоводородной кислоты, растворяют при нагревании и раствор упаривают до получения влажного остатка. После охлаждения к нему добавляют 20 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и вновь упаривают раствор до получения влажного остатка. Операцию упаривания с азотной кислотой повторяют еще два раза.

Влажный остаток растворяют в 20 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, переводят раствор в стакан вместимостью 250 $см^3$ и разбавляют водой до 130—150 $см^3$.

3.2. *Для бронз, не содержащих хрома*

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, добавляют 15 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают стакан часовым стеклом и растворяют при нагревании.

После растворения сплава и удаления окислов азота кипячением, стекло и стенки стакана ополаскивают водой и раствор разбавляют водой до 130—150 $см^3$.

3.3. *Окончание анализа*

Во всех случаях к полученному раствору приливают 1 $см^3$ раствора хлорного железа и добавляют аммиак до перехода меди в растворимый темно-синий комплекс и, сверх этого, добавляют еще 5 $см^3$ аммиака. Раствор выдерживают при температуре 60—70 °С в течение 20 мин и фильтруют через фильтр средней плотности. Стакан и осадок промывают 3—4 раза горячим разбавленным 1:50 раствором аммиака. Воронку с осадком помещают над стаканом, в котором производилось осаждение, растворяют осадок в 20 $см^3$ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1. Фильтр промывают 30 $см^3$ горячей воды, раствор разбавляют до объема 130—150 $см^3$ водой и повторяют осаждение.

После трехкратного переосаждения осадок смывают горячей водой в стакан и растворяют его в 5 $см^3$ хлорной кислоты. Фильтр промывают горячей водой и полученный раствор упаривают до появления белого дыма хлорной кислоты. Разбавляют раствор водой до объема 15 $см^3$, приливают 14 $см^3$ концентрированной ортофосфорной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, разбавляют до метки водой и перемешивают. Отбирают из колбы аликвотную часть раствора (10—20 $см^3$) и переносят в полярографическую ячейку, предварительно промытую 1 моль/$дм^3$ ортофосфорной кислотой. Раствор в ячейке деаэрируют 5—7 мин пропусканием азота, прекращают подачу азота и снимают полярограмму в интервале от минус 0,3 до минус 0,7 В. Пик восстановления свинца регистрируют при минус 0,55 В. Чувствительность регистрирующего прибора выбирается таким образом, чтобы пик свинца был не менее 15 мм.

Содержание свинца находят методом стандартных добавок. Аликвотную часть стандартного раствора А или Б, в зависимости от содержания свинца, добавляют в полярографируемый раствор, перемешивают раствор азотом 2 мин и далее проводят полярографирование, как при определении содержания свинца в испытуемом растворе.

Величину стандартной добавки выбирают таким образом, чтобы высота пика свинца после введения стандартной добавки увеличилась в 2—3 раза.

Одновременно с определением свинца в сплаве проводят контрольный опыт со всеми реактивами.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(h_1 - h_0) \cdot C \cdot V}{(h_2 - h_1) \cdot m} \cdot 100,$$

где h_0 — высота пика свинца в контрольном опыте, мм;

h_1 — высота пика свинца для испытуемого раствора, мм;

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

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

V — объем стандартной добавки, $см^3$;

m — масса навески, соответствующая аликвоте, взятой на полярографирование, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1.

4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), вычисленных по формуле

$$d = 0{,}001 + 0{,}1X,$$

где X — массовая доля свинца в сплаве, %.

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, вычисленных по формуле

$$D = 0{,}0014 + 0{,}14X,$$

где X — массовая доля свинца в сплаве, %.

4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086—87.

4.3, 4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru