Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения свинца

ГОСТ 15027.7—77

Non-tin bronze.
Methods for the determination of lead

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический комплексонометрический метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,8% до 65%), гравиметрический электролитический метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,8% до 2,5%), полярографический метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,001% до 0,6%), экстракционно-фотометрический метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,001% до 0,5%) и атомно-абсорбционный метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,002% до 0,02% и свыше 0,02% до 12%) в бронзах безоловянных по ГОСТ 18175, ГОСТ 614 и ГОСТ 493.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

2.1. Сущность метода

Метод основан на титровании уксуснокислого свинца при pH 5,4—6,0 раствором трилона Б в присутствии ксиленолового оранжевого до изменения окраски из фиолетовой в желтую.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, 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.

Бром по ГОСТ 4109.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

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

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, раствор 30 г/дм^3.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 250 г/дм^3.

Свинец марки С0 по ГОСТ 3778.

Стандартный раствор свинца; готовят следующим образом: 1 г свинца растворяют при нагревании в стакане вместимостью 250 см^3 в 20 см^3 азотной кислоты. Удаляют окислы азота кипячением,

gost.e-ecolog.ru

охлаждают и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3, затем доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,01 г свинца.

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

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Соль двунатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,05 моль/дм^3, готовят следующим образом: 9,305 г трилона Б растворяют в 500 см^3 воды при нагревании, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают до метки водой.

Установка титра раствора трилона Б

5 см^3 стандартного раствора свинца помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 40 см^3 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. Раствор охлаждают, приливают 150 см^3 воды и нагревают до кипения, вновь охлаждают, приливают 40 см^3 этилового спирта и оставляют на 4 ч. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.

Титр раствора трилона Б (T), выраженный в граммах свинца на 1 см^3 раствора, вычисляют по формуле

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

где m — масса навески свинца, г;

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

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Для сплавов с массовой долей олова менее 0,05 %*

Навеска бронзы в зависимости от массовой доли свинца приведена в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля свинца, %	Масса навески, г
От 0,8 до 5	2
Св. 5 » 20	1
» 20 » 30	0,5
» 30 » 65	0,1

Навеску бронзы помещают в стакан вместимостью 300 см^3, накрывают часовым стеклом и растворяют в 15 см^3 смеси кислот при нагревании. После растворения сплава обмывают стекло, приливают 40 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и 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 см^3 воды, нагревают до кипения и охлаждают. Затем приливают 40 см^3 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 см^3 раствора уксуснокислого аммония, нагревают до кипения и кипятят 2 мин.

Раствор сливают в колбу вместимостью 250 см^3. В стакан с фильтром приливают два раза по 30 см^3 горячей воды, каждый раз сливая раствор в эту же колбу. Снова в стакан с фильтром приливают 15 см^3 раствора уксуснокислого аммония и дважды повторяют промывание водой.

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

2.1—2.3.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3.2. *Для сплавов с массовой долей олова свыше 0,05 %*

Навеску бронзы (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 500 см^3 и растворяют в 20 см^3 смеси для растворения, после растворения пробы раствор осторожно упаривают досуха. Выпаривание с 15 см^3 смеси для растворения повторяют дважды, каждый раз доводя пробу до сухого остатка. К остатку добавляют 10—20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

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

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

T — титр раствора трилона Б по свинцу, г/см^3;

m — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля свинца, %	d, %	D, %	Массовая доля свинца, %	d, %	D, %
От 0,001 до 0,002	0,0005	0,001	Св. 0,5 до 1,0	0,06	0,1
Св. 0,002 » 0,005	0,0008	0,002	» 1,0 » 4,0	0,08	0,2
» 0,005 » 0,010	0,001	0,002	» 4,0 » 7,0	0,12	0,3
» 0,010 » 0,025	0,002	0,005	». 7,0 » 9,0	0,15	0,4
» 0,025 » 0,050	0,004	0,01	» 9,0 » 20	0,20	0,5
» 0,05 » 0,10	0,005	0,01	» 20 » 30	0,25	0,6
» 0,10 » 0,25	0,01	0,02	» 30 » 40	0,30	0,7
» 0,25 » 0,5	0,02	0,05	» 40 » 65	0,40	0,9

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4.2а. Абсолютные 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, приведенных в табл. 2.

2.4.2б. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов, полученных титриметрическим и гравиметрическим или атомно-абсорбционным методами или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.2а, 2.4.2б. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

2.4.3. При разногласиях в оценке качества бронз применяют данный метод.

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

3.1. Сущность метода

Метод основан на выделении свинца электролитически и взвешивании выделившегося осадка двуокиси свинца.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для электролиза с платиновыми сетчатыми электродами по ГОСТ 6563.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота сульфаминовая.

3.3. Проведение анализа

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют без нагревания, а затем при нагревании. Часовое стекло и стенки стакана обмывают водой, раствор нагревают до кипения, добавляют 0,5 г сульфаминовой кислоты, разбавляют водой до 150 см^3 и выделяют медь и свинец электролизом, применяя сетчатые платиновые электроды, при силе тока 1,5—2,0 А и перемешивании. Стакан с электролитом должен быть накрыт часовым стеклом.

Спустя 30 мин после начала электролиза снимают стекло, обмывают его водой и продолжают электролиз еще 15 мин. Если после этого на свежепогруженной в раствор части анода не выделяется осадок, электролиз считают законченным. Не выключая тока, быстро удаляют стакан с электролитом и промывают электроды, подставляя поочередно три стакана с дистиллированной водой.

Анод с осадком двуокиси свинца высушивают при 160—170 °С до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m \cdot 0{,}8661 \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса осадка двуокиси свинца, выделившаяся на аноде, г;

0,8661 — коэффициент пересчета двуокиси свинца, на свинец;

m_1 — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

2.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.2б.

3.4.3, 3.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

4.1. Сущность метода

Метод основан на предварительном отделении свинца от основных металлов соосаждением с гидроокисью железа в аммиачном растворе с последующим определением свинца полярографическим методом.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф типов ПО 5122, ППТ-1 или другой подобного типа.

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

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 14162.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10434.

Кислота хлорная, ч.д.а.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

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

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/дм^3 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 см^3 азотной кислоты, удаляют кипячением окислы азота, охлаждают, приливают 50 см^3 воды, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 2 см^3 концентрированной соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г свинца. Раствор Б готовят непосредственно перед использованием.

Ртуть марки Р0 по ГОСТ 4658, обезвоженная.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. *Для всех бронз, кроме кремнистых*

Навеску сплава (табл. 4) помещают в стакан вместимостью 250 см^3, накрывают часовым стеклом и осторожно растворяют в 20 см^3 смеси для растворения. При неполном растворении в стакан добавляют по каплям бром. Приливают к раствору 20 см^3 хлорной кислоты и выпаривают раствор до осветления и появления густого белого дыма хлорной кислоты (объем оставшегося раствора не должен превышать 5 см^3). Охлаждают стакан, обмывают стенки стакана небольшим количеством воды, нагревают до растворения солей и добавляют воду до 100—150 см^3.

Для кремнистых бронз навеску сплава (см. табл. 4) помещают в платиновую чашку, добавляют 20 см^3 азотной кислоты и 5 см^3 фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. После растворения раствор выпаривают досуха. Добавляют 10 см^3 концентрированной азотной кислоты и повторяют выпаривание 3—4 раза. Добавляют 50 см^3 воды и 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют соли, при нагревании. Содержимое чашки переводят в стакан, разбавляя раствор водой до 100—150 см^3.

Таблица 4

Массовая доля свинца, %	Масса навески, г	Полярографируемый объем раствора, см^3	Массовая доля свинца, %	Масса навески, г	Полярографируемый объем раствора, см^3
От 0,001 до 0,003	1	40	Св. 0,025 до 0,05	0,5	5
Св. 0,003 » 0,01	1	20	» 0,05 » 0,1	0,5	2
» 0,01 » 0,025	1	10	» 0,1 » 0,6	0,1	10

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.3. К полученному раствору (см. пп. 4.3.1 и 4.3.2) приливают 1 см^3 раствора хлорного железа (при массовой доле железа в бронзе меньше 0,5%) и раствор аммиака до образования темно-синего комплекса меди и сверх этого еще 5 см^3 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 1 %-ным раствором аммиака. Воронку с осадком помещают над стаканом, в котором производилось осаждение, растворяют осадок в 20 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, добавляя несколько капель перекиси водорода при наличии в бронзе марганца.

Фильтр промывают 30 см^3 горячей воды, раствор разбавляют до 125—150 см^3 и повторяют осаждение.

После трехкратного переосаждения осадок на фильтре растворяют в 5 см^3 хлорной кислоты. Разбавляют раствор водой до 25 см^3, приливают 14 см^3 концентрированной ортофосфорной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят раствор до метки водой и перемешивают.

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

4.3.4. Отбирают из колбы аликвотную часть раствора (см. табл. 4) и переносят в полярографическую ячейку, предварительно промытую раствором 1 моль/дм^3 ортофосфорной кислоты. Раствор в ячейке деаэрируют, пропуская азот в течение 5—7 мин, прекращают перемешивание и снимают катодную поляризационную кривую в интервале напряжений от минус 0,2 до минус 0,7 В. Пик восстановления свинца наблюдается в области минус 0,45 В. Чувствительность регистрирующего прибора выбирается такой, чтобы пик свинца был не менее 15 мм.

4.3.5. Содержание свинца находят методом стандартных добавок. Аликвотную часть раствора А или В, в зависимости от содержания свинца, добавляют в полярографируемый раствор, перемешивают раствор 4 мин и далее анализ ведут как при определении содержания свинца в испытуемом растворе (см. п. 4.3.4).

Величину стандартной добавки выбирают такой, чтобы высота пика свинца после введения добавки увеличилась в 1,5—2 раза.

4.4. Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{(h - h_1) \cdot C \cdot V \cdot 100}{(h_2 - h) \cdot m},$$

где h_1 — высота пика свинца при полярографировании раствора контрольного опыта, мм;
h — высота пика свинца при полярографировании испытуемого раствора, мм;
h_2 — высота пика свинца после введения стандартной добавки, мм;
V — объем стандартной добавки, см^3;
C — концентрация стандартного раствора, г/см^3;
m — масса сплава, взятая на полярографирование, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4.2а. Абсолютные 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, приведенных в табл. 2.

4.4.2б. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, сопоставлением результатов анализа, полученных полярографическим и фотометрическим методами или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

4.4.2а, 4.4.2б. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4.4.3. При разногласиях в оценке качества бронз применяют полярографический метод.

5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

5.1. Сущность метода

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

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 400 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:50.

Диэтилдитиокарбаминат натрия по ГОСТ 8864, водный и хлороформный растворы 10 г/дм^3.

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

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Медь сернокислая по нормативно-технической документации, раствор 50 г/дм^3.

Хлороформ.

Свинец по ГОСТ 3778 марки С0.

Стандартные растворы свинца.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г свинца растворяют в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. После удаления окислов азота кипячением раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: переносят 10 см^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 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 следующим образом: 1,005 г СО № 126 растворяют в 15 см^3 концентрированной азотной кислоты с последующим разбавлением водой до 1 дм^3.

1 см^3 раствора содержит 0,001 г железа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3. Проведение анализа

5.3.1. *Для всех бронз, кроме кремнистых*

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см^3 соляной кислоты. Раствор разбавляют водой до 150 см^3, добавляют 5 г хлористого аммония и 30 см^3 раствора азотнокислого железа (для сплавов с массовой долей железа менее 0,5%), 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 см^3 горячей азотной кислоты, разбавленной 1:1, и повторяют осаждение гидроокисей и растворение их до исчезновения ионов меди в фильтрате (проба с диэтилдитиокарбаминатом натрия в хлороформе.

Осадок растворяют в 10 см^3 горячей азотной кислоты, разбавленной 1:1, в стакан, в котором производилось осаждение, и кипятят до удаления окислов азота. При массовой доле свинца менее 0,01% на экстракцию используют весь раствор, при массовой доле свинца более 0,01% раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Аликвотную часть раствора 25 см^3 (при массовой доле свинца от 0,01% до 0,05%), 10 см^3 (при массовой доле свинца от 0,05% до 0,2%) или 5 см^3 (при массовой доле свинца от 0,2% до 0,5%) переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3. Раствор в воронке разбавляют водой до 100 см^3, добавляют 15 см^3 раствора винной кислоты, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия по фенолфталеину до появления розовой окраски и сверх этого добавляют еще 3—5 см^3 раствора гидроокиси натрия. Затем прибавляют 5 см^3 водного раствора диэтилдитиокарбамината натрия, 15 см^3 хлороформа и экстрагируют свинец в виде диэтилдитиокарбамината, встряхивая 5 мин. Нижний хлороформный слой сливают в другую делительную воронку так, чтобы в кран воронки не попал водный раствор. К оставшейся водной фазе прибавляют 5 см^3 хлороформа и встряхивают 3 мин. Хлороформный слой присоединяют к основному экстракту. Отдельно в стакан вносят 1 см^3 раствора винной кислоты, приливают к нему 10 см^3 воды, подщелачивают раствором гидроокиси натрия до щелочной реакции по фенолфталеину и сверх этого еще добавляют 2—3 капли раствора гидроокиси натрия. Этот раствор вливают в делительную воронку, содержащую объединенные экстракты, и встряхивают 3 мин. Хлороформный слой сливают в третью делительную воронку, прибавляют 20 см^3 раствора сернокислой меди и встряхивают 5 мин. Окрашенный хлороформный слой переводят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, 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 длиной 1 см при длине волны 430 нм или на фотоэлектроколориметре в кювете длиной 1 или 2 см с синим светофильтром. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

5.3.2. *Для кремнистых бронз*

Навеску бронзы массой 1 г помещают в платиновую чашку и растворяют в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 5 см^3 фтористоводородной кислоты при нагревании. После растворения раствор выпаривают досуха. Добавляют 10 см^3 концентрированной азотной кислоты и повторяют выпаривание 3—4 раза. Добавляют 50 см^3 воды и 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют соли при нагревании. Содержимое чашки переводят в стакан, разбавляя водой до 150 см^3 и далее анализ ведут, как указано в п. 5.3.1.

5.3.3. *Построение градуировочного графика*

В делительные воронки вместимостью по 250 см^3 вносят 0; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора Б, разбавляют водой до 100 см^3, добавляют по 15 см^3 раствора винной кислоты и далее анализ ведут, как указано в п. 5.3.1.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю свинца (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — количество свинца, найденное по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (*d* — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.4.3. Абсолютные 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, приведенных в табл. 2.

5.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 4.4.2б.

5.4.3, 5.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ СВИНЦА от 0,002% до 0,2%)

6.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения света атомами свинца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух после предварительного выделения свинца соосаждением с гидроокисью железа.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для свинца.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота хлорная.

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 разбавленный 1:19.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Железо хлорное, раствор, 15 г/дм^3 в соляной кислоте, разбавленной 1:3.

Алюминий металлический, с массовой долей свинца менее 0,001%.

Алюминий хлористый, раствор 50 г/дм^3; готовят следующим образом: 5 г алюминия растворяют в 150 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, с добавлением нескольких капель перекиси водорода. Раствор выпаривают до начала кристаллизации хлористого алюминия, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

Свинец по ГОСТ 3778 с массовой долей свинца не менее 99,9%.

Стандартные растворы свинца.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г свинца растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 раствора 2 моль/дм^3 соляной кислоты и доливают водой до метки.

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

6.3. Проведение анализа

6.3.1. *Для бронз с массовой долей олова, кремния и алюминия менее 0,05 %*

Навеску бронзы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Окислы азота удаляют кипячением и раствор разбавляют водой до объема 150 см^3. Добавляют 5 см^3 раствора хлорного железа (в бронзы, содержащие железо как легирующий компонент, не следует добавлять раствор хлорного железа), раствор нагревают до температуры 80—90 °С и добавляют аммиак до полного перехода меди и никеля в аммиачные комплексы. Осадок гидроокисей оставляют стоять в течение 10 мин при температуре 60 °С, фильтруют на фильтр средней плотности и промывают горячим раствором аммиака, разбавленного 1:19, для удаления меди и никеля, а затем три раза горячей водой.

Осадок с развернутого фильтра смывают горячей водой в стакан, в котором проводили осаждение, фильтр промывают 10 см^3 горячего раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1, а затем водой. Промытый фильтр отбрасывают, а раствор выпаривают до объема 5 см^3. Раствор охлаждают, добавляют 10 см^3 воды, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца в пламени ацетилен-воздух при длине волны 283,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

6.3.2. *Для бронз, с массовой долей олова свыше 0,05 %*

Навеску бронзы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 25 см^3 смеси для растворения и осторожно нагревают до полного растворения. Затем добавляют 10 см^3 хлорной кислоты и упаривают до объема 4 см^3. Остаток охлаждают, добавляют 30 см^3 воды и нагревают до растворения солей. Раствор разбавляют водой до объема 150 см^3, добавляют 5 см^3 раствора хлорного железа, нагревают до температуры 80—90 °С, добавляют аммиак до полного перехода меди в аммиачный комплекс и далее анализ проводят, как указано в п. 6.3.1.

6.3.3. *Для бронз с массовой долей кремния свыше 0,05 %*

Навеску бронзы массой 2 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см^3 фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см^3 хлорной кислоты и нагревают до появления густых белых паров. Остаток охлаждают, добавляют 30 см^3 воды и нагревают до растворения солей. Раствор переносят в стакан вместимостью 250 см^3, разбавляют водой до объема 150 см^3, добавляют 5 см^3 раствора хлорного железа, нагревают до температуры 80—90 °С, добавляют аммиак до полного перехода меди в аммиачный комплекс и далее анализ проводят, как указано в п. 6.3.1.

6.3.4. *Для бронз, содержащих алюминий как компонент*

Навеску бронзы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, с добавкой нескольких капель соляной кислоты. Окислы азота удаляют кипячением и раствор разбавляют водой до объема 150 см^3. Раствор нагревают до температуры 80—90 °С, добавляют аммиак до полного перехода меди в аммиачный комплекс и далее анализ проводят, как указано в п. 6.3.1.

6.3.5. Построение градуировочного графика

6.3.5.1. *Для бронз, не содержащих алюминий как компонент*

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см^3 помещают 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см^3 стандартного раствора Б свинца. В каждую колбу добавляют по 10 см^3 раствора 2 моль/дм^3 соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 6.3.1.

6.3.5.2. *Для бронз, содержащих алюминий как компонент*

В семь мерных колб вместимостью по 50 см^3 помещают в зависимости от содержания алюминия в пробе от 2 до 10 см^3 раствора хлористого алюминия и в шесть из них добавляют 0,5; 1,25; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см^3 стандартного раствора Б свинца, по 5 см^3 раствора 2 моль/дм^3 соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 6.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

6.4. Обработка результатов

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

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

где C — концентрация свинца, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем конечного раствора пробы, см^3;

m — масса навески, г.

6.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

6.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 4.4.2б.

6.4.3, 6.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

7. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ СВИНЦА от 0,02 % до 12 %)

7.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами свинца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен—воздух.

7.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для свинца.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 2 и 1 моль/дм^3.

Смесь кислот; готовят следующим образом: объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота хлорная, ч.д.а.

Свинец по ГОСТ 3778 с массовой долей свинца не менее 99,9%.

Стандартные растворы свинца

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г свинца растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 раствора 2 моль/дм^3 соляной кислоты и доливают водой до метки.

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

7.3. Проведение анализа

7.3.1. *Для бронз с массовой долей олова и кремния до 0,05 %*

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 7, помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

Таблица 7

Массовая доля свинца, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см^3	Объем 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, см^3	Объем раствора пробы после разбавления, см^3
От 0,02 до 1	1	—	—	100
Св. 1 » 6	1	10	10	100
» 6 » 12	0,5	10	25	250

При массовой доле свинца свыше 1% 10 см^3 раствора переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 7), добавляют раствор 2 моль/дм^2 соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца в пламени ацетилен-воздух при длине волны 283,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

7.3.2. *Для бронз с массовой долей олова свыше 0,05 %*

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 7, помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 смеси кислот. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, ополаскивают стенки стакана 1 моль/дм^3 раствором соляной кислоты и доливают до метки той же кислотой. При массовой доле свинца свыше 1% 10 см^3 раствора переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 7) и доливают до метки раствором 1 моль/дм^3 соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 7.3.1.

7.3.3. *Для бронз с массовой долей кремния свыше 0,05 %*

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 7, помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см^3 фтористоводородной кислоты.

Затем добавляют 10 $см^3$ хлорной кислоты и нагревают до появления густых белых паров. Остаток растворяют при нагревании в воде.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают водой до метки. При массовой доле свинца свыше 1% 10 $см^3$ раствора переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 7), добавляют раствор 2 моль/$дм^3$ соляной кислоты и добавляют водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 7.3.1.

7.3.4. *Построение градуировочного графика*

В одиннадцать из двенадцати мерных колб вместимостью по 100 $см^3$ помещают 1,0; 2,5; 5,0 и 10,0 $см^3$ стандартного раствора Б и 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 $см^3$ стандартного раствора А свинца. Во все колбы добавляют по 10 $см^3$ раствора 2 моль/$дм^3$ соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 7.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

7.4. Обработка результатов

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

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

где C — концентрация свинца, найденная по градуировочному графику, г/$см^3$;

V — объем конечного раствора пробы, $см^3$;

m — масса навески, содержащаяся в конечном объеме раствора пробы, г.

7.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

7.4.3. Абсолютные 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, приведенных в табл. 2.

7.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным и фотометрическим, полярографическим, гравиметрическим или титриметрическим методами или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

7.4.3, 7.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.77 № 1614

3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.7—69

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1530—79. Стандарт соответствует ИСО 4749—84 в части бронз безоловянных

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 493—79	Вводная часть	ГОСТ 4658—73	4.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 5817—77	5.2
ГОСТ 2062—77	2.2, 4.2, 6.2	ГОСТ 6552—80	4.2
ГОСТ 3117—78	2.2	ГОСТ 6563—75	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 5.2, 6.2, 7.2	ГОСТ 8864—71	5.2
ГОСТ 3760—79	4.2, 5.2, 6.2	ГОСТ 9293—74	4.2
ГОСТ 3773—72	5.2	ГОСТ 10434—82	4.2
ГОСТ 3778—98	2.2, 4.2, 5.2, 6.2, 7.2	ГОСТ 10484—78	6.2, 7.2
ГОСТ 4109—79	2.2, 4.2, 6.2	ГОСТ 10652—73	2.2
ГОСТ 4147—74	4.2	ГОСТ 10929—76	6.2
ГОСТ 4166—76	5.2	ГОСТ 14162—79	4.2
ГОСТ 4204—77	2.2	ГОСТ 14261—77	4.2
ГОСТ 4207—75	2.2	ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 4233—77	2.2	ГОСТ 18300—87	2.2, 5.2
ГОСТ 4328—77	5.2	ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.2б, 4.4.2б, 7.4.4
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2, 6.2, 7.2		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)

gost.e-ecolog.ru