МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕДЬ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

Издание официальное

БЗ 4—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.3:546.815.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕДЬ

Методы определения свинца

Copper. Methods for determination of lead

ГОСТ 13938.7—78

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает полярографический и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,0005 до 0,06 %) методы определения свинца в меди марок в соответствии с ГОСТ 859.
(Измененная редакция, Изм. № 4).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 13938.1.
Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА (при массовой доле свинца от 0,0005 до 0,06 %)

2.1. Сущность метода

Метод основан на полярографическом определении свинца на фоне 0,5 М раствора хлорной кислоты в интервале потенциалов от минус 0,45 до минус 0,85 В по отношению к донной ртути.

Свинец отделяют от основной массы меди осаждением раствором аммиака совместно с гидроокисью железа или лантана с последующим растворением гидроокисей в хлорной кислоте.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф с наложением переменного напряжения.

Азот в баллоне по ГОСТ 9293.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:49.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 1:3.

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

Железо (III) азотнокислое, 1,5 %-ный раствор, раствор 5 г/дм^3. 1 см^3 раствора содержит 2 мг железа.

Окись лантана.

Лантан хлористый, семиводный.

Лантан азотнокислый, шестиводный.

Раствор лантана; готовят следующим образом: 2,4 г окиси лантана растворяют в 15 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, или 5,4 г хлористого лантана, или 6,2 г азотнокислого лантана сначала растворяют в воде, а затем прибавляют 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор доливают водой до 1 дм^3 и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 2 мг лантана.

Кислота хлорная 0,5 М раствор.

Свинец высокой чистоты по ГОСТ 22861 или свинец по ГОСТ 3778.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 2000
Переиздание с Изменениями

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236.

Растворы свинца.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,500 г свинца растворяют в 25 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3, приливают 100 см³ воды, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,5 мг свинца.

Раствор Б; готовят следующим образом: пипеткой отбирают 20 см³ раствора А в стакан вместимостью 200 см³, прибавляют 5 см³ хлорной кислоты и выпаривают раствор до появления паров хлорной кислоты. Остаток охлаждают, прибавляют 10—15 см³ воды и выпаривают раствор почти до прекращения выделения паров хлорной кислоты. После охлаждения к остатку приливают 50 см³ 0,5 М раствора хлорной кислоты и нагревают раствор под часовым стеклом до кипения. Раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки 0,5 М раствором хлорной кислоты и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,02 мг свинца.

Раствор В; готовят следующим образом: 0,160 г азотнокислого свинца или 0,100 г свинца растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты. При применении металлического свинца для удаления окислов азота раствор кипятят и затем охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,1 мг свинца.

Раствор Г; 50 см³ раствора В помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 5 см³ азотной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят не более 5 ч.

1 см³ раствора Г содержит 0,01 мг свинца.

Растворы свинца стандартные; готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью 100 см³ микробюреткой отмеряют 0; 0,5; 1,5; 2,5; 4,0; 5,0; 7,5; 10,0 и 15,0 см³ раствора Б, доливают до метки 0,5 М раствором хлорной кислоты и перемешивают. Растворы содержат 0; 0,1; 0,3; 0,5; 0,8; 1,0; 1,5; 2,0 и 3,0 мг/дм³ свинца. Растворы готовят непосредственно перед полярографированием.

Допускается применение других реактивов при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 4).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску меди массой 5,0 г растворяют в 25 см³ азотной и 5 см³ соляной кислот под часовым стеклом. Раствор нагревают до полного удаления окислов азота, затем переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. При анализе меди 20 см³ раствора (при массовой доле свинца до 0,003 %) или 10 см³ (при массовой доле свинца свыше 0,003 %) помещают в стакан вместимостью 300 см³, разбавляют водой до 150—200 см³, прибавляют 2 см³ раствора железа или лантана при массовой доле свинца до 0,01 % и 10 см³ раствора железа или лантана при массовой доле свинца свыше 0,01 %, нагревают раствор до 60 °С и осаждают гидроокиси раствором аммиака.

После коагуляции осадка в течение 15 мин осадок фильтруют на фильтр средней плотности и промывают несколько раз горячим раствором аммиака, разбавленным 1:49. Осадок гидроокисей струей горячей воды смывают в стакан, в котором проводилось осаждение, промывают фильтр 10 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, а затем три раза горячей соляной кислотой, разбавленной 1:100. Гидроокиси вновь осаждают раствором аммиака, как указано выше.

Осадок гидроокисей смывают с фильтра примерно 30 см³ 0,5 М раствора хлорной кислоты, нагревают до растворения осадка, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доливают 0,5 М раствором хлорной кислоты до метки (исходный раствор).

При анализе меди с массовой долей свинца от 0,0005 до 0,01 % часть исходного раствора помещают в сосуд для пропускания азота. Пропускают азот в течение 15 мин, переливают раствор в электролизер и полярографируют в интервале потенциалов от минус 0,45 до минус 0,85 В.

При анализе меди с массовой долей свинца свыше 0,01 % в мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 10 см³ исходного раствора, раствор доливают до метки 0,5 М раствором хлорной кислоты и перемешивают.

Часть раствора помещают в сосуд для пропускания азота и далее поступают, как указано выше.

Одновременно проводят два контрольных опыта для учета содержания свинца в применяемых реактивах.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3.2. Навеску меди массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом и при нагревании удаляют окислы азота.

К раствору приливают воду до 150 см³ и 10 см³ 1,5 %-ного раствора азотнокислого железа (III)

или 10 см³ раствора лантана. Раствор нагревают до температуры 60 °С и добавляют такое количество водного аммиака, чтобы медь перешла в раствор в виде аммиачного комплекса.

Осадок через 15 мин отфильтровывают на фильтр средней плотности и несколько раз промывают горячим раствором аммиака. Осадок смывают горячей струей воды в стакан, в котором проводилось осаждение. Осадок растворяют в 5 см³ раствора соляной кислоты. Затем гидроокись снова осаждают водным аммиаком, как описано выше. Осадок отфильтровывают через тот же фильтр и растворяют 25 см³ горячего раствора хлорной кислоты, прибавляя ее небольшими порциями. Раствор охлаждают и помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают раствором хлорной кислоты до метки и перемешивают. Часть раствора помещают в сосуд для полярографирования и удаляют кислород пропусканием азота в течение 10—15 мин. Раствор полярографируют в диапазоне потенциалов от минус 0,45 до минус 0,85 В (по отношению к донной ртути).

Одновременно проводят контрольные опыты. Среднюю высоту пиков, полученных при полярографировании растворов контрольных опытов, вычитают из высоты пиков, полученных при полярографировании анализируемых растворов.

Массу свинца, соответствующую разностям пиков, находят по градуировочному графику, построенному, как указано в п. 2.3.3.

2.3.3. Для построения градуировочных графиков при массовой доле свинца от 0,0005 до 0,006 % в пять из шести стаканов вместимостью по 400 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 и 6,0 см³ раствора Г, а при массовой доле свинца от 0,005 до 0,06 % в пять из шести стаканов помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 и 6,0 см³ раствора В. В каждый стакан добавляют по 10 см³ азотной кислоты, по 150 см³ воды, по 10 см³ 1,5 %-ного раствора азотнокислого железа или 10 см³ раствора лантана и далее поступают, как указано в п. 2.3.2.

По полученным значениям высот пиков и соответствующим им содержаниям свинца строят градуировочный график.

2.3.2, 2.3.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА
(при массовой доле свинца от 0,0005 до 0,06 %)

3.1. Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и измерении поглощения линии свинца при введении солянокислого или азотнокислого растворов в пламя ацетилен-воздух при длине волны 283,3 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, включающий лампу со свинцовым полым катодом, горелки для пламени ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух и распылительную систему.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Пропан-бутан по ГОСТ 20448.

Компрессор воздушный.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1, и раствор 0,1 моль/дм³.

Медь электролитная по ГОСТ 859 и раствор меди 100 г/дм³: 10,0 г меди помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 70 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до растворения. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ содержит 0,1 г меди.

Свинец высокой чистоты по ГОСТ 22861 или свинец по ГОСТ 3778.

Растворы свинца стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 1,0 г свинца помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг свинца.

Раствор Б; готовят следующим образом: 50 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,005 мг свинца.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор 1:99.

Железо по ГОСТ 9849, азотнокислый раствор 25 г/дм³.

Универсальная индикаторная бумага.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

3.3. Проведение анализа

3.3.1. При определении свинца свыше 0,005 % навеску меди массой 2,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в 20—25 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Полученный раствор меди распыляют в пламя атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию в пламени при длине волны 283,3 нм.

Одновременно проводят контрольный опыт со всеми применяемыми реактивами. Величину оптической плотности раствора контрольного опыта вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора.

Массу свинца в растворе устанавливают по градуировочному графику.

Допускается для определения массовой доли свинца использовать метод добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.3.1а. При массовой доле свинца до 0,005 % навеску меди массой 5,0 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 25 см³ азотной кислоты. Нагревают до прекращения выделения оксидов азота. Затем приливают 250 см³ воды и 5 см³ раствора железа, нагревают до температуры 60 °С. Приливают аммиак в таком количестве, чтобы вся медь перешла в аммиачный комплекс и еще 5 см³. Нагревают раствор при температуре 60—70 °С до коагуляции осадка. Фильтруют через фильтр средней плотности и промывают 3—4 раза горячим раствором аммиака (1:99). Растворяют осадок на фильтре в 10 см³ горячего раствора соляной кислоты (1:1), собирая фильтрат в стакан, где проводили осаждение. Фильтр промывают горячей водой до нейтральной реакции фильтрата (проверка по универсальной индикаторной бумаге). Раствор после охлаждения помещают в мерную колбу вместимостью 25 или 50 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Измеряют поглощение линии свинца, распыляя раствор в пламени ацетилен-воздух, при длине волны 283,3 нм одновременно с раствором контрольного опыта и растворами для построения градуировочного графика.

Допускается в анализируемом растворе определение содержания висмута (от 0,0003 до 0,005 %), олова (от 0,01 до 0,06 %) и сурьмы (от 0,0005 до 0,02 %).

Массу свинца определяют по градуировочному графику.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

3.3.2. *Построение градуировочного графика при массовой доле свинца от 0,001 до 0,1 %*

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 0; 0,5; 1; 2; 4 и 6 см³ раствора Б, что соответствует 0, 50, 100, 200, 400 и 600 мкг свинца, прибавляют по 10 см³ раствора меди, доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют абсорбцию приготовленных растворов, как указано в п. 3.3.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям свинца строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.3.2а. *Построение градуировочного графика при массовой доле свинца от 0,0005 до 0,001 %*

Для построения градуировочного графика в шесть стаканов вместимостью по 400 см³ помещают по 5,0 г меди и растворяют в соответствии с п. 3.3.1; приливают 200—250 см³ воды и 5 см³ азотнокислого раствора железа. В пять из шести стаканов добавляют 0; 0,5; 2,0; 5,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б и далее анализ продолжают в соответствии с п. 3.3.1а. По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им концентрациям стандартных растворов строят градуировочный график.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{H \cdot V}{K \cdot m \cdot 10000},$$

где H — высота волны свинца, полученная при полярографировании анализируемого раствора, за вычетом высоты волны контрольного опыта, мм;

m — масса меди, соответствующая аликвотной части раствора, взятой для полярографирования, г;

V — объем анализируемого раствора, см³;

K — величина отношения высоты волны свинца стандартного раствора к его концентрации, мм/мг/дм³.

Величину K для выбранной чувствительности прибора находят, полярографируя два стандартных раствора (близких по концентрации свинца и концентрации его в анализируемом растворе) в том же интервале потенциалов, и вычисляют по формуле

$$K = \frac{K_1 + K_2}{2},$$

где $K_1 = \frac{H_1}{C_1}$; $K_2 = \frac{H_2}{C_2}$,

где C_1, C_2 — концентрации стандартных растворов, мг/дм^3;

H_1, H_2 — высоты волн, полученные при полярографировании стандартных растворов, мм.

4.1.1. Массовую долю свинца (X) в процентах при полярографическом определении с построением градуировочного графика вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески меди, г.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.2. Массовую долю свинца (X) в процентах при атомно-абсорбционном определении вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

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

m — масса навески меди, г.

4.3. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля свинца, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений	анализов
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,0006
» 0,0030 » 0,0100 »	0,0008	0,0010
» 0,010 » 0,030 »	0,002	0,004
» 0,030 » 0,060 »	0,004	0,006

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.4. При разногласиях в оценке массовой доли свинца применяют полярографический метод.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Г.П. Гиганов, Е.М. Феднева, А.А. Бляхман, Е.Д. Шувалова, А.Н. Савельева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24.01.78 № 155**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13938.7—68**

4. **Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 4749—84**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 859—78	Вводная часть, 3 2
ГОСТ 3118—77	2 2, 3 2
ГОСТ 3760—79	2 2, 3 2
ГОСТ 3778—77	2 2, 3 2
ГОСТ 4236—77	2 2
ГОСТ 4461—77	2 2, 3 2
ГОСТ 5457—75	3 2
ГОСТ 9293—74	2 2
ГОСТ 9849—86	3 2
ГОСТ 13938 1—78	1
ГОСТ 20448—90	3 2
ГОСТ 22861—93	2 2, 3 2

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

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в мае 1982 г., апреле 1983 г., июне 1985 г., апреле 1988 г. (ИУС 8—82, 7—83, 8—85, 7—88)**

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *В Н Прусакова*
Корректор *В И Варенцова*
Компьютерная верстка *А Н Золотаревой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 02 12 99 Подписано в печать 30 12 99 Усл печ.л 0,93 Уч -изд.л 0,73
Тираж 146 экз С 4151 Зак 1076

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru