МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СУРЬМА

Методы определения свинца

Antimony. Methods for the determination of lead

ГОСТ 1367.5—83
Взамен ГОСТ 1367.5—76

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 декабря 1983 г. № 6012 дата введения установлена 01.01.85

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения свинца от 0,02 % до 1,0 %, комплексометрический и хроматный методы определения свинца от 0,5 до 5,0 % в сурьме марок Су00, Су0, Су1 и Су2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 1367.0—83.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на полярографировании свинца на солянокислом фоне. Сурьму и олово, мешающие определению, отгоняют в виде бромидов при разложении навески с бромистоводородной кислотой.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф с наложением постоянного напряжения с ртутными электродами (катод ртутный капающий, электролизер с выносным анодом. В анодное пространство залита ртуть и насыщенный раствор хлористого калия) или полярограф осциллографический типа ПО-5122, или переменнотоковый типа ПУ-1.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 50, 100, 500 $см^3$.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50, 100 $см^3$ и 1 $дм^3$.

Микробюретки с делениями по ГОСТ 1770—74 вместимостью 5 $см^3$.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1, 1:3.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

Кислота аскорбиновая по НТД.

Калий хлористый по ТУ 6—09—5077—83, насыщенный раствор.

Ртуть металлическая по НТД.

Свинец по ГОСТ 3778—98, марки С1.

Раствор свинца, стандартный: навеску свинца массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 500 $см^3$, приливают 30 $см^3$ азотной кислоты (1:3) и нагревают. После растворения навески раствор выпаривают до получения влажных солей, добавляют 15 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и вновь выпаривают почти досуха. Выпаривание повторяют еще дважды, используя каждый раз по 5 $см^3$ соляной кислоты (1:1). К остатку приливают 250 $см^3$ концентрированной соляной кислоты,

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в марте 1989 г. (ИУС 6—89).

gost.e-ecolog.ru

нагревают, разбавляют водой, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 1 мг свинца.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску сурьмы массой 0,5 г марки Су00 или массой 0,2 г марок Су0, Су1, Су2 помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 5 см^3 концентрированной азотной кислоты и выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 100 см^3 бромистоводородной кислоты и снова выпаривают досуха. Обработку бромистоводородной кислотой проводят дважды, добавляя каждый раз по 5 см^3 бромистоводородной кислоты. Сухой остаток смачивают 10—15 каплями соляной кислоты (1:1), и вновь выпаривают досуха. Эту операцию повторяют два раза.

К сухому остатку приливают 30 см^3 соляной кислоты (1:3) и нагревают 5 мин до полного растворения солей. Полученный раствор при анализе сурьмы марок Су00, Су0 и Су1 переливают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, а при анализе сурьмы марки Су2 переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Затем растворы доливают до метки соляной кислотой (1:3), хорошо перемешивают и дают отстояться. Если объем раствора 50 см^3, его используют весь, а из объема 100 см^3 отливают в сухой стакан часть раствора (30—50 см^3), прибавляют 0,1 г аскорбиновой кислоты и оставляют на 15—20 мин.

Затем раствор переводят в электролизер, предварительно ополоснув его этим же раствором, и полярографируют свинец при потенциале пика минус 0,46 В. При работе на осциллографе период капания ртути из капилляра 5—6 с, задержка импульса 3—4 с, скорость подачи напряжения на электролитическую ячейку 0,25—0,58 В/с. Одновременно с анализируемыми пробами снимают полярограмму растворов сравнения свинца, приготовленных также, как пробы.

2.2.2. Для приготовления растворов сравнения свинца в мерные колбы вместимостью 100 см^3 приливают из микробюретки стандартный раствор свинца в количестве 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10 см^3, что соответствует 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10 мг свинца. Объем растворов доводят до метки соляной кислотой (1:3), и перемешивают. В сухие стаканы вместимостью 50 см^3 отливают приблизительно 30 см^3 растворов, добавляют по 0,1 г аскорбиновой кислоты и через 15 мин снимают полярограмму.

Концентрация свинца в растворах сравнения соответственно равна 1; 2; 5; 10; 20; 40; 60; 80; 100 мг/дм^3.

2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{H_1 \cdot c \cdot V \cdot 100}{H_2 \cdot m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где H_1 — высота волны раствора анализируемой пробы, мм;

c — масса свинца в растворе сравнения, мг/дм^3;

V — объем раствора анализируемой пробы, см^3;

H_2 — высота волны раствора сравнения, мм;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

2.3.2. Разность двух результатов параллельных определений и разность двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должна превышать абсолютного допускаемого расхождения сходимости и воспроизводимости, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля свинца, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,020 до 0,040 включ.	0,005	0,006
Св. 0,040 » 0,100 »	0,010	0,012
» 0,100 » 0,200 »	0,02	0,024
» 0,20 » 0,40 »	0,03	0,04
» 0,40 » 1,00 »	0,05	0,06

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на выделении свинца в виде сульфата и его титровании трилоном Б в ацетатно-буферном растворе при pH 5—6 в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого. Сурьму, мешающую определению, отгоняют в виде бромидов при разложении навески с бромом или бромистоводородной кислотой.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Мензурки по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50, 100 $см^3$.

Колбы широкогорлые стеклянные лабораторные по ГОСТ 23932—90 вместимостью 250 $см^3$.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 500 $см^3$.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 1 $дм^3$.

Пипетки с делениями по НТД вместимостью 2, 5, 10 $см^3$.

Бюретки по НТД вместимостью 25 $см^3$.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:3.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:6, 1:20.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77.

Ксиленоловый оранжевый: 0,5 г ксиленолового оранжевого смешивают в фарфоровой ступке с 50 г азотнокислого калия; служит индикатором при титровании.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, раствор: 250 г уксуснокислого аммония растворяют в воде, приливают 8 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и разбавляют водой до 1 $дм^3$. Раствор должен иметь pH = 5,7—6,0, что проверяют по универсальной индикаторной бумаге.

Свинец по ГОСТ 3778—98 марки С1.

Раствор свинца стандартный: навеску свинца массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 500 $см^3$, приливают 30 $см^3$ азотной кислоты (1:3) и нагревают. Раствор разбавляют водой, переливают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 2 мг свинца.

Соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,01 моль/$дм^3$ раствор: 3,7225 г трилона Б растворяют в воде, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

3.2. Установка титра трилона Б

Для установки титра 0,01 М раствора трилона Б отбирают пипеткой 10 $см^3$ стандартного раствора свинца в широкогорлую колбу вместимостью 250—300 $см^3$ и приливают 5 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Содержимое колбы выпаривают досуха, охлаждают и приливают 20 $см^3$ серной кислоты (1:6). Колбу закрывают часовым стеклом, кипятят в течение 1 мин, охлаждают и оставляют на 1 ч в холодной проточной воде.

Осадок сернокислого свинца отфильтровывают через шарик из фильтробумажной массы, промывают осадок и колбу 2—3 раза холодным раствором серной кислоты (1:20) и 1—2 раза холодной водой. Далее растворение осадка и титрование свинца осуществляется в соответствии с п. 3.3.3.

Титр 0,01 моль/$дм^3$ раствора трилона Б (T), определяемый по свинцу, вычисляют по формуле

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

где m — масса свинца в аликвотной части стандартного раствора, г;

V — объем 0,01 моль/$дм^3$ раствора трилона Б, израсходованный на титрование, $см^3$.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Разложение с бромом*

Навеску сурьмы массой 1 г (при массовой доле свинца до 2 %) или массой 0,5 г (при более высоком содержании свинца) помещают в широкогорлую колбу вместимостью 250—300 $см^3$, приливают 5 $см^3$ соляной кислоты (1:1), а затем осторожно, по каплям (при непрерывном перемешивании) 2 $см^3$ брома (реакция идет бурно). Полученный раствор выпаривают при помешивании и умеренном нагревании досуха. Сухой остаток смачивают 2 $см^3$ соляной кислоты, обмывая ею стенки колбы, приливают 0,5 $см^3$ брома и снова выпаривают раствор досуха. Для полного удаления сурьмы

обработку осадка соляной кислотой и бромом еще раз повторяют. Затем к сухому осадку приливают 5 см^3 серной кислоты (1:1) и вновь выпаривают досуха.

3.3.2. *Разложение с бромистоводородной кислотой*

Навеску сурьмы массой 1 г (при массовой доле свинца до 2 %) или массой 0,5 г (при более высоком содержании свинца) помещают в широкогорлую колбу вместимостью 250—300 см^3, приливают 10 см^3 концентрированной азотной кислоты и выпаривают досуха. Затем приливают 10 см^3 бромистоводородной кислоты и вновь раствор выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 5 см^3 бромистоводородной кислоты и 3 см^3 концентрированной серной кислоты. Содержимое колбы выпаривают досуха.

3.3.3. *Выделение сульфата свинца, определение содержания свинца*

В сухой остаток после разложения добавляют 20 см^3 серной кислоты (1:6), колбу закрывают часовым стеклом и кипятят в течение 1 мин. Затем содержимое колбы охлаждают в проточной воде в течение 1 ч и отфильтровывают через шарик из фильтробумажной массы. Осадок сульфата свинца и колбу промывают 2—3 раза холодным раствором серной кислоты (1:20), а затем 1—2 раза холодной водой.

Осадок вместе с фильтробумажной массой стеклянной палочкой переводят в колбу, в которой проводили разложение навески, приливают 25 см^3 раствора уксуснокислого аммония, промывая им воронку и стенки колбы. Затем воронку и стенки колбы обмывают 100 см^3 горячей воды и содержимое колбы нагревают в течение 5—10 мин, не доводя до кипения.

После охлаждения раствора добавляют 0,1—0,2 г смеси ксиленолового оранжевого с нитратом калия и титруют свинец раствором трилона Б до перехода фиолетово-красной окраски раствора в желтую.

3.4. Обработка результатов

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

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

где V — объем 0,01 моль/дм^3 раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

T — титр 0,01 моль/дм^3 раствора трилона Б по свинцу, г/см^3;

m — масса навески сурьмы, г.

3.4.2. Разность двух результатов параллельных определений и разность двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должна превышать абсолютного допускаемого расхождения сходимости и воспроизводимости, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля свинца, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,40 до 1,00 включ.	0,05	0,06
Св. 1,00 » 2,00 »	0,10	0,12
» 2,00 » 5,00 »	0,20	0,24

3.4.1, 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ХРОМАТНЫЙ МЕТОД

Определение свинца проводят йодометрическим методом после осаждения в виде хромата. Сурьму, мешающую осаждению хромата свинца, предварительно удаляют в виде бромида.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Микробюретки по ГОСТ 1770—74 вместимостью 5 см^3.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100 см^3.

Колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 500 см^3.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 5 и 10 см^3.

Воронки стеклянные по ГОСТ 23932—90.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

Бром по ГОСТ 4109—79.
Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, 15 %-ный раствор.
Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, 10 %-ный раствор.
Натрий серноватистокислый (тиосульфат) по ГОСТ 27068—86, 0,025 моль/дм^3 раствор.
Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, 10 %-ный раствор.
Крахмал по ГОСТ 10163—76, 1 %-ный свежеприготовленный раствор.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Проведение анализа

4.2.1. *Разложение с бромом*

Навеску сурьмы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 5 см^3 соляной кислоты (1:1), а затем осторожно, по каплям (при непрерывном перемешивании) 2 см^3 брома (реакция проходит бурно). Полученный раствор выпаривают при умеренном нагревании досуха. Для полного удаления сурьмы остаток растворяют в 2 см^3 соляной кислоты, обмывая ею стенки стакана, приливают еще приблизительно 0,5 см^3 брома и выпаривают раствор досуха. Сухой остаток смачивают 10—15 каплями соляной кислоты (1:1) и вновь выпаривают досуха. Эту операцию повторяют два раза.

4.2.2. *Разложение с бромистоводородной кислотой*

Навеску сурьмы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 5 см^3 концентрированной азотной кислоты, выпаривая на песчаной бане досуха. К сухому остатку приливают 10 см^3 бромистоводородной кислоты и снова выпаривают на песчаной бане досуха. Обработку бромистоводородной кислотой повторяют, добавляя 5 см^3 бромистоводородной кислоты. Сухой остаток смачивают 10—15 каплями соляной кислоты (1:1) и вновь выпаривают досуха. Эту операцию повторяют два раза.

4.2.3. *Осаждение хромата свинца и определение содержания свинца*

Сухой остаток после разложения смачивают 8—10 каплями соляной кислоты (1:1), слегка нагревают для растворения солей, приливают 50 см^3 раствора уксуснокислого натрия и нагревают раствор до кипения. Приливают 20 см^3 раствора двухромовокислого калия, раствор с осадком кипятят 5—10 минут и оставляют в теплом месте на 2 ч.

По истечении указанного времени осадок отфильтровывают через фильтр или шарик из фильтробумажной массы и промывают горячей водой до полного обесцвечивания фильтра. Воронку с осадком помещают на колбу вместимостью 500 см^3. Осадок хромата свинца на фильтре и оставшийся в стакане растворяют в два приема 10 см^3 горячей соляной кислоты (1:1), чередуя с промыванием горячей водой, до обесцвечивания фильтра. Полученный раствор охлаждают, доводят объем водой до 200 см^3, добавляют 10 см^3 раствора йодистого калия. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия, добавляя последний до слабо-желтой окраски, затем приливают 3—4 капли раствора крахмала и продолжают титрование до перехода сине-фиолетовой окраски в зеленую.

4.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V \cdot 0{,}001725 \cdot 100}{m},$$

где V — объем 0,025 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см^3;

0,001725 — количество свинца, соответствующее 1 см^3 точно 0,025 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, г;

m — масса навески сурьмы, г.

4.3.2. Разность двух результатов параллельных определений и разность двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должна превышать абсолютного допускаемого расхождения сходимости и воспроизводимости, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля свинца, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,4 до 1,0 включ.	0,05
Св. 1 » 2 »	0,1
» 2 » 5 »	0,2

4.3.1, 4.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru