УДК 669.45.'75 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

Методы определения цинка и меди

Lead-antimony alloys. Methods for the determination of zinc and copper

ГОСТ 1293.5—83

(СТ СЭВ 3501—81)

ОКП 17 2532

Взамен ГОСТ 1293.5—74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 8 февраля 1983 г. № 704 срок действия установлен

с 01.07.83
до 01.07.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения цинка и полярографический метод определения цинка и меди при массовой доле цинка от 0,0005 до 0,05% и меди от 0,001 до 0,3% в свинцово-сурьмянистых сплавах.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 3501—81 в части атомно-абсорбционного метода определения цинка.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 1293.0—83.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси азотной и винной кислот, распылении растворов в воздушно-ацетиленовое пламя и измерении величины поглощения линии цинка 213,8 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любой марки.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$—$6 \cdot 10^5$ Па (2—6 атм.), в зависимости от используемой аппаратуры.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457—75.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой концентрацией 400 г/дм^3.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, перегнанная в кварцевом аппарате, или кислота азотная по ГОСТ 11125—78 и разбавленная 1 : 3.

Свинец по ГОСТ 3778—77 с массовой долей цинка не более 0,0001%.

Раствор с массовой концентрацией свинца 100 г/дм^3, готовят растворением 25 г стружки металлического свинца в 100 см^3 азотной кислоты (1 : 3) при нагревании. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Сурьма по ГОСТ 1089—82 с массовой долей цинка не более 0,0001%.

Раствор с массовой концентрацией сурьмы 25 г/дм^3, готовят растворением 5 г металлической сурьмы, измельченной в агатовой ступке, в смеси кислот — 100 см^3 раствора винной кислоты и 25 см^3 концентрированной азотной кислоты при нагревании. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Цинк по ГОСТ 3640—79.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление стандартных растворов цинка*

Раствор А: 0,1 г цинка растворяют в 15 см^3 раствора азотной кислоты (1 : 3) при нагревании. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 100 мкг цинка.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 10 мкг цинка.

Раствор В: 10 см^3 раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 1 мкг цинка.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В восемь из девяти мерных колб вместимостью 100 см^3 наливают 10 и 20 см^3 стандартного раствора В, 5, 10 и 20 см^3 стандартного раствора Б, 5, 8 и 10 см^3 стандартного раствора А, что соответствует 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5; 8 и 10 мкг/см^3 цинка.

Во все колбы добавляют по 12 см^3 раствора азотной кислоты (1 : 3), доводят до метки водой и перемешивают.

2.4. Проведение анализа

Навеску сплава массой 2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 5 см^3 раствора винной кислоты и 15 см^3 раствора азотной кислоты (1 : 3) и растворяют при нагре-

вании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Анализируемый и стандартные растворы распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют величину поглощения линии цинка 213,8 нм на атомно-абсорбционном спектрофотометре.

Условия измерения подбирают в соответствии с применяемым прибором. Используют два способа измерения величины поглощения в зависимости от модели прибора.

На спектрофотометрах, имеющих режим работы «концентрация», работают в режиме «концентрация» и результат получают на табло в мкг/см³ или в режиме «поглощение» методом «ограничивающих растворов», или по градуировочному графику.

На остальных спектрофотометрах работают в режиме «поглощение» с записью на самопишущем потенциометре или со снятием показаний по стрелочному или цифровому прибору.

Метод «ограничивающих растворов» заключается в получении отсчетов для анализируемого раствора и двух стандартных растворов, один из которых дает больший, а другой меньший отсчет по сравнению с отсчетом для анализируемого раствора.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Если измерение проводят на самопишущем потенциометре, то линейкой измеряют высоту пиков в миллиметрах и строят градуировочный график в координатах: C — концентрация определяемого элемента в растворе, мкг/см³; L — высота пика, мм.

При измерении величины поглощения линии определяемого элемента по стрелочному и цифровому прибору градуировочный график строят в координатах: C — концентрация определяемого элемента в растворе, мкг/см³, N — показания стрелочного или цифрового прибора.

Массовую долю цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m \cdot 10000},$$

где C_1 — концентрация цинка в анализируемом растворе, мкг/см³;

C_2 — концентрация цинка в растворе контрольного опыта, мкг/см³;

V — объем раствора сплава, см³;

m — масса навески сплава, г.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P^1 = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0005 до 0,001	0,0002
Св 0,001 » 0,003	0,0003
» 0,003 » 0,008	0,0007
» 0,008 » 0,02	0,002
» 0,02 » 0,05	0,003

2.5.3. Метод применяют при разногласии в оценке качества сплава.

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА И МЕДИ

3.1. Сущность метода

Метод основан на полярографическом определении цинка и меди на аммонийно-аммиачном фоновом электролите при потенциалах полуволн соответственно минус 1,44 и минус 0,52 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. Свинец предварительно выделяют в виде сульфата, сурьму частично соосаждают со свинцом, а другую часть удаляют в виде летучего бромида сурьмы.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Полярограф переменного тока.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1 и 2%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и 5%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, 5%-ный раствор: готовят на разбавленной 1 : 20 соляной кислоте.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) кристаллический по ГОСТ 429—76, насыщенный раствор.

Цинк металлический гранулированный по ГОСТ 989—75.

Медь по ГОСТ 859—78, марки М0.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. *Приготовление стандартных растворов цинка и меди*

Раствор А: 0,2 г цинка и 0,2 г меди растворяют в 15—20 см^3

азотной кислоты (1 : 1) и выпаривают до получения влажного остатка. Приливают 10 $см^3$ соляной кислоты и вновь выпаривают до получения влажного остатка.

Выпаривание с соляной кислотой повторяют дважды. Прибавляют 50 $см^3$ соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит по 0,2 мг цинка и меди.

Раствор Б: 10 $см^3$ стандартного раствора А разбавляют 5%-ным раствором соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$.

1 $см^3$ раствора Б содержит по 0,02 мг цинка и меди.

3.3.2. Для приготовления градуировочных растворов в семь мерных колб вместимостью 100 $см^3$ отмеривают соответственно в каждую микробюреткой или пипетками 2 $см^3$ раствора Б, 0,5; 1; 2; 5; 10 и 15 $см^3$ раствора А, приливают в каждую из колб, кроме последней, 5%-ный раствор соляной кислоты до объема 15 $см^3$, по 40—50 $см^3$ фонового электролита и по 4 $см^3$ раствора хлорного железа, перемешивают, приливают по 10 $см^3$ насыщенного раствора сульфита натрия, разбавляют до метки фоновым электролитом и перемешивают.

Градуировочные растворы содержат соответственно по 0,4; 1,0; 2,0; 4,0; 10,0; 20,0 и 30,0 мг/$дм^3$ цинка и меди.

Количество и концентрации градуировочных растворов цинка и меди меняют в зависимости от концентрации этих элементов в анализируемом растворе.

3.3.3. Для приготовления фонового электролита в склянку вместимостью 1 $дм^3$ наливают 500 $см^3$ воды, прибавляют 100 г хлористого аммония, 200 $см^3$ аммиака, перемешивают до растворения соли и разбавляют при перемешивании до метки водой.

3.4. Проведение анализа

Навеску сплава массой 5 или 10 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают 60—80 $см^3$ азотной кислоты (1 : 1) и нагревают до полного растворения сплава. Приливают 50 $см^3$ воды, 10 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают до кипения, охлаждают 30 мин и фильтруют через плотный фильтр «синяя лента», собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$. Осадок на фильтре и в колбе промывают 3—4 раза холодным раствором серной кислоты. Фильтр с осадком сульфата свинца отбрасывают.

К фильтрату в мерной колбе прибавляют 5 $см^3$ серной кислоты (1 : 1) доводят до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 25 или 50 $см^3$, в зависимости от массовых долей цинка и меди, помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 5 $см^3$ соляной кислоты и выпаривают до появления густых паров серной кислоты. Охлаждают

и выпаривание с 5 см³ соляной кислоты повторяют. Приливают 5 см³ бромистоводородной кислоты и выпаривают до появления паров серного ангидрида. Выпаривание с бромистоводородной кислотой повторяют дважды или трижды, в зависимости от содержания сурьмы в сплаве. Обмывают стенки колбы 1—2 см³ воды и выпаривают до полного удаления паров серной кислоты.

К слегка влажному остатку приливают в зависимости от конечного разбавления 4 или 8 см³ раствора соляной кислоты, нагревают до 50—60°С, приливают 10 или 25 см³ фонового электролита, 1 или 2 см³ раствора хлорного железа, перемешивают, приливают 2,5 или 5 см³ насыщенного раствора сульфита натрия, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 25 или 50 см³, разбавляют до метки фоновым электролитом и перемешивают.

Часть раствора заливают в электролизер и полярографируют цинк и медь соответственно при потенциалах полуволны минус 1,44 и 0,52 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

В аналогичных условиях проводят полярографирование цинка и меди в градуировочных растворах и в растворе контрольного опыта, вычитая значения высот волн цинка и меди контрольного опыта из соответствующих значений анализируемого сплава.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю цинка (и меди) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{h \cdot V \cdot 100}{K \cdot m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где h — высота волны цинка (меди) раствора сплава, мм;

V — объем раствора сплава, см³;

m — масса сплава (аликвотной части), г;

K — коэффициент пересчета, который вычисляют по формуле

$$K = \frac{h_1}{C},$$

где h_1 — высота волны цинка (меди) градуировочного раствора, мм;

C — концентрация цинка (меди) в градуировочном растворе, мг/дм³.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля цинка или меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	цинка	меди
От 0,0005 до 0,001	0,0002	0,0002
Св 0,001 » 0,003	0,0003	0,0003
» 0,003 » 0,008	0,0007	0,000
» 0,008 » 0,02	0,002	0,002
» 0,02 » 0,05	0,003	0,003
» 0,05 » 0,1	0,004	0,004
» 0,1 » 0,3	0,02	0,02

Изменение № 1 ГОСТ 1293.5—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения цинка и меди

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.11.87 № 4265

Дата введения 01.07.88

Заменить код: ОКП 17 2532 на ОКСТУ 1709.

Пункт 2.2. Заменить ссылку: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84.

Продолжение см. с. 68

(Продолжение изменения к ГОСТ 1293.5—83)

Пункт 3.2. Десятый абзац. Заменить слова: «металлический гранулированный по ГОСТ 989—75» на «по ГОСТ 3640—79».

Пункт 3 4 Пятый абзац. Заменить значение: 0,52 В на «минус 0,52 В».

(ИУС № 2 1988 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 1293.5—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения цинка и меди

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28.05.98)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2929

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

(Продолжение см. с. 40)

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 1293.5—83)

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: **(СТ СЭВ 3501—81).**

Вводную часть изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения цинка и меди при массовой доле цинка от 0,0005 до 0,05 %, меди от 0,002 до 0,6 % и полярографический метод определения цинка и меди при массовой доле цинка от 0,0005 до 0,05 %, меди от 0,001 до 0,3 % в свинцово-сурьмянистых сплавах».

Раздел 2. Наименование дополнить словами: **«и меди».**

Пункт 2.1 дополнить словами: «и меди 324,8 нм».

Пункт 2.2. Пятый абзац дополнить значениями: «1:1 и 1:2»;

седьмой абзац. Исключить слово: «дистиллированной»;

восьмой, девятый абзацы исключить;

дополнить абзацем:

«Медь по ГОСТ 859—78 не ниже марки М0 или электролитная».

Пункт 2.3.1. Наименование дополнить словами: «*и меди*»;

раствор А. Заменить значение: 0,1 г на 0,1000 г;

дополнить абзацами:

«Раствор Г: 0,5000 г меди растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты 1:1 при нагревании. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Г содержит 1 мг меди.

Раствор Д: 10 см^3 раствора Г переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

(Продолжение см. с. 41)

1 см³ раствора Д содержит 100 мкг меди.

Раствор Е: 10 см³ раствора Д переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Е содержит 10 мкг меди».

Пункт 2.3.2. Второй абзац. Заменить слова: «раствора азотной кислоты (1:3)» на «раствора азотной кислоты 1:2 и 20 см³ раствора свинца»;

дополнить абзацами:

«В девять из десяти мерных колб вместимостью 100 см³ каждая помещают 4, 8, 10 и 20 см³ стандартного раствора Е, 5, 10 и 20 см³ стандартного раствора Д, 4 и 6 см³ стандартного раствора Г, что соответствует 0,4; 0,8; 1; 2; 5; 10; 20; 40 и 60 мкг/см³ меди.

Во все колбы добавляют по 12 см³ раствора азотной кислоты 1:2, доводят до метки водой и перемешивают».

Пункт 2.4. Первый абзац. Заменить значения: 2 г на 2,0000 г; (1:3) на (1:2);

второй абзац после слов «линии цинка 213,8 нм» дополнить словами: «и линии меди 324,8 нм».

Пункт 2.5.1. Третий абзац после слова «цинка» дополнить словами: «и меди (Х)»;

формула. Экспликацию после слова цинка дополнить словами: «или меди» (2 раза).

Пункт 2.5.2 изложить в новой редакции:

«2.5.2. Расхождение результатов параллельных определений d (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Массовая доля цинка, %	Предельное значение погрешности результатов анализа Δ, %	Расхождение результатов параллельных определений d, %	Расхождение результатов анализа D, %
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0002	0,0002
Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,0002	0,0003	0,0003
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0004	0,0005	0,0005
» 0,0050 » 0,010 »	0,0009	0,0012	0,0012
» 0,010 » 0,020 »	0,002	0,002	0,002
» 0,020 » 0,050 »	0,002	0,003	0,003

(Продолжение см. с. 42)

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Предельное значение погрешности результатов анализа Δ, %	Расхождение результатов параллельных определений *d*, %	Расхождение результатов анализа *D*, %
От 0,0020 до 0,0050 включ.	0,0004	0,0005	0,0005
Св. 0,0050 » 0,010 »	0,0009	0,0012	0,0012
» 0,010 » 0,020 »	0,002	0,003	0,003
» 0,020 » 0,050 »	0,003	0,004	0,004
» 0,050 » 0,10 »	0,006	0,008	0,008
» 0,10 » 0,30 »	0,02	0,02	0,02
» 0,30 » 0,60 »	0,04	0,05	0,05

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предельных значений Δ, приведенных в табл. 1 и 2, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные».

Пункт 2.5.3 после слова «Метод» дополнить словами: «определения цинка».

Пункт 3.2. Третий абзац. Заменить слова: «2%-ный раствор» на 1:50;

четвертый абзац. Заменить слова: «5%-ный раствор» на «разбавленная 1:20»;

восьмой абзац. Заменить слова: «5%-ный раствор» на «раствор 50 г/дм^3»;

заменить ссылку: ГОСТ 429—76 на ГОСТ 195—77.

Пункт 3.3.1. Первый абзац. Заменить значения: 0,2 г на 0,2000 г (2 раза);

четвертый абзац. Заменить слова: «5%-ным раствором соляной кислоты» на «соляной кислотой, разбавленной 1:20».

Пункт 3.3.2. Первый абзац. Заменить слова: «5%-ный раствор соляной кислоты» на «соляную кислоту, разбавленную 1:20»; исключить слова: «соответственно в каждую микробюреткой или пипетками».

Пункт 3.4. Первый абзац. Заменить значения и слова: «5 или 10 г» на «5,0000 или 10,000 г»; «холодным раствором серной кислоты» на «холодной серной кислотой, разбавленной 11:50»;

(Продолжение см. с. 43)

третий абзац. Заменить слова: «серного ангидрида» на «серной кислоты».

Пункт 3.5.1. Формула. Экспликация. Заменить слова: «масса сплава (аликвотной части), г» на «масса навески сплава (масса навески, соответствующая аликвотной части раствора), г».

Пункт 3.5.2 изложить в новой редакции:

«3.5.2. Расхождение результатов параллельных определений d (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1 и 3.

Таблица 3

Массовая доля меди, %	Предельное значение погрешности результатов анализа Δ, %	Расхождение результатов параллельных определений d, %	Расхождение результатов анализа D, %
От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0002	0,0003	0,0003
Св. 0,0020 » 0,0050 »	0,0004	0,0005	0,0005
» 0,0050 » 0,010 »	0,0009	0,0012	0,0012

(Продолжение см. с. 44)

Продолжение табл. 3

Массовая доля меди, %	Предельное значение погрешности результатов анализа Δ, %	Расхождение результатов параллельных определений *d*, %	Расхождение результатов анализа *D*, %
Св. 0,010 до 0,020 включ.	0,002	0,003	0,003
» 0,020 » 0,050 »	0,003	0,004	0,004
» 0,050 » 0,10 »	0,006	0,008	0,008
» 0,10 » 0,30 »	0,02	0,02	0,02

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предельных значений Δ, приведенных в табл. 1 и 3, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные».

(ИУС № 7 2001 г.)

gost.e-ecolog.ru