УДК 669.715.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Метод определения свинца

ГОСТ 11739.18—90

Aluminium casting and wrought alloys.
Method for determination of plumbum

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,01 до 1,5%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии азотной кислоты и последующем измерении атомной абсорбции свинца при длине волны 217,0 или 283,3 нм в пламени ацетилен-воздух.

3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для свинца.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см^3, растворы 1:1 и 1:99.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

1/2 3 Зак. 1352

gost.e-ecolog.ru

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см³ и раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Смесь соляной и азотной кислот: к 500 см³ воды осторожно, при перемешивании добавляют 375 см³ соляной кислоты и 125 см³ азотной кислоты.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 1 г/дм³.

Алюминий марки А999 по ГОСТ 11069.

Раствор алюминия 20 г/дм³: 10 г алюминия помещают в стакан вместимостью 500 см³, добавляют 50 см³ воды и небольшими порциями 200 см³ смеси соляной и азотной кислот и растворяют при умеренном нагревании, добавляя 1 см³ раствора хлористого никеля. Раствор кипятят до удаления бурых паров и уменьшения объема до 100 см³, затем охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Свинец марки С000 по ГОСТ 22861.

Стандартные растворы свинца.

Раствор А: 0,5 г свинца помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 30 см³ раствора азотной кислоты. После растворения навески раствор кипятят в течение 2 мин для удаления окислов азота. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г свинца.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г свинца.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску пробы массой 0,5 г (при массовой доле свинца от 0,01 до 0,25%) или 0,2 г (при массовой доле свинца от 0,25 до 1,5%) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают приблизительно 10 см³ воды, затем небольшими порциями 20 см³ смеси соляной и азотной кислот. Колбу накрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения навески, выпаривают раствор до объема около 10 см³ и охлаждают до комнатной температуры. К остатку добавляют 25 см³ воды и кипятят раствор в течение 2 мин.

Часовое стекло и стенки колбы ополаскивают водой. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную кол-

бу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора азотной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

4.2. При массовой доле кремния менее 1 % раствор, если он не прозрачен, фильтруют через сухой фильтр средней плотности («белая лента») в стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

4.3. При массовой доле кремния свыше 1 % после окончания растворения по п. 4.1 раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок на фильтре промывают 1—2 раза горячим раствором соляной кислоты (1:99) порциями по 10 см³ (основной фильтрат).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 3 мин. После охлаждения добавляют 5 см³ фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту до получения прозрачного раствора. Далее раствор выпаривают досуха, после охлаждения остаток смачивают 2—3 см³ воды и растворяют в 2—3 см³ раствора азотной кислоты при нагревании.

Раствор присоединяют к основному фильтрату в мерной колбе вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора азотной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

4.4. Раствор контрольного опыта готовят согласно пп. 4.1, 4.2 или 4.3, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

4.5. Построение градуировочных графиков

4.5.1. При массовой доле свинца от 0,01 до 0,1% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г свинца.

4.5.2. При массовой доле свинца свыше 0,1 до 0,25 % в шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора алюминия, в пять из них отмеряют 0,5; 0,75; 1,0; 1,25; 1,5 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,0005; 0,00075; 0,001; 0,00125; 0,0015 г свинца.

4.5.3. При массовой доле свинца свыше 0,25 до 1,5% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 10 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ раствора А, что соответствует 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025; 0,003 г свинца.

4.5.4. В растворы в колбах по пп. 4.5.1, 4.5.2 и 4.5.3 добавляют по 5 см³ раствора азотной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

4.6. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию свинца при длине волны 217,0 или 283,3 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям свинца строят градуировочный график.

Массовую концентрацию свинца в растворе пробы и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C_1 — массовая концентрация свинца в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

C_2 — массовая концентрация свинца в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, г.

5.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля свинца, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,025 включ.	0,003	0,005
Св. 0,025 » 0,050 »	0,005	0,008
» 0,050 » 0,100 »	0,010	0,015
» 0,10 » 0,25 »	0,02	0,03
» 0,25 » 0,50 »	0,05	0,08
» 0,50 » 1,00 »	0,08	0,10
» 1,00 » 1,50 »	0,10	0,15

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством авиационной промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; **В. А. Мошкин**, канд. техн. наук; **Г. И. Фридман**, канд. техн. наук; **М. Н. Горлова**, канд. хим. наук; **О. Л. Скорская**, канд. хим. наук

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.06.90 № 1962

3. **ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ** — 5 лет

4. **СТАНДАРТ СООТВЕТСТВУЕТ ИСО 4192** в части алюминиевых деформируемых сплавов, сущности метода, растворения пробы, измерения атомной абсорбции и обработки результатов

5. **ВЗАМЕН ГОСТ 11739.18—78**

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	3	ГОСТ 10484—78	3
ГОСТ 4038—79	3	ГОСТ 11069—74	3
ГОСТ 4204—77	3	ГОСТ 22861—77	3
ГОСТ 4461—77	3	ГОСТ 25086—87	1.1
ГОСТ 5457—75	3		

gost.e-ecolog.ru