

# ОЛОВО

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

Издание официальное



**ОЛОВО****Методы определения свинца**

Pb.

Methods for determination of lead

**ГОСТ****15483.5—78****(СТ СЭВ 4810—84)**

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает полярографический и атомно-абсорбционный методы определения свинца (при массовой доле свинца от 0,005 до 3,1 %) в олове всех марок, кроме олова высокой чистоты.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4810.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 15483.0.  
(Измененная редакция, Изм. № 1).

**2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД****2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной, бромистоводородной кислот и брома, отгонке олова в виде бромида и полярографическом определении свинца в солянокислой среде в интервале потенциалов от минус 0,25 до минус 0,5 В относительно насыщенного каломельного электрода.

**2.2. А п п а р а т у р а ,   р е а к т и в ы   и   р а с т в о р ы**

Полярограф со всеми принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:4.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь кислот для растворения, свежеприготовленная: к 45 см<sup>3</sup> соляной кислоты приливают 45 см<sup>3</sup> бромистоводородной кислоты, 10 см<sup>3</sup> брома и тщательно перемешивают.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Порошок железный по ГОСТ 9849.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, свежеприготовленный раствор с массовой долей 1 %.

Азот или аргон с содержанием кислорода не более 0,0005 %.

Свинец по ГОСТ 3778 и ГОСТ 22861.

Раствор свинца стандартный: навеску свинца массой 0,5000 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:4. Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты и выпаривают досуха. Повторяют выпаривание дважды, используя каждый раз по 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты. К сухому остатку добавляют 2 г хлористого натрия и приливают 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:3. Нагревают до

растворения солей, охлаждают, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:3, и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит  $1 \cdot 10^{-3}$  свинца.

**(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. В зависимости от массовой доли свинца навеску олова массой в соответствии с табл. 1 помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют в 15 см<sup>3</sup> смеси для растворения вначале при комнатной температуре, а затем при слабом нагревании. Полученный раствор выпаривают досуха. К сухому остатку добавляют 10 см<sup>3</sup> смеси для растворения и выпаривают досуха. Эту операцию повторяют 5—6 раз, используя каждый раз по 5 см<sup>3</sup> смеси для растворения. Приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают досуха.

Таблица 1

Массовая доля свинца, %	Масса навески, г	Вместимость мерных колб, см <sup>3</sup>
От 0,005 до 0,01	1	25
Св. 0,01 » 0,1	0,5	25
» 0,1 » 0,5	0,5	100
» 0,5 » 3,1	0,2	100

К остатку добавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и выпаривают досуха. Выпаривание с соляной кислотой повторяют дважды, используя каждый раз по 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Далее приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:3, и нагревают до кипения. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 1, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:3, и перемешивают.

Отбирают пипеткой 15 см<sup>3</sup> раствора и помещают в пробирку или цилиндр вместимостью 18—20 см<sup>3</sup>, добавляют 0,2—0,3 г порошка железа, перемешивают и оставляют на 40—45 мин.

По истечении указанного времени прибавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора желатина и снова перемешивают. Через 10 мин раствор фильтруют через ватный тампон, собирая фильтрат в электролизер. Через раствор пропускают азот или аргон и полярографируют свинец в интервале от минус 0,25 до минус 0,65 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

Одновременно проводят полярографирование серии растворов с известным содержанием свинца.

Из значений высоты волны раствора пробы вычитают значение высоты волны раствора контрольного опыта.

2.3.2. Для приготовления серии растворов с известным содержанием свинца в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> отмеряют 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора свинца, что соответствует 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 мг свинца, доводят раствором соляной кислоты до метки и далее продолжают, как указано в п. 2.3.1.

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

### 2.4. Обработка результатов

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

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

где  $H$  — высота волны свинца при полярографировании анализируемого раствора за вычетом высоты волны свинца в контрольном опыте, мм;

$V$  — объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески олова, г;

$K$  — среднее значение отношений высот волн, полученных при полярографировании серии растворов с известным содержанием свинца к концентрациям этих же растворов, мм·см<sup>3</sup>/г.

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

Таблица 2

Массовая доля свинца, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,005 до 0,01	0,002
Св. 0,01 » 0,025	0,004
» 0,025 » 0,05	0,008
» 0,05 » 0,1	0,015
» 0,1 » 0,25	0,03
» 0,25 » 0,5	0,05
» 0,5 » 1,0	0,08
» 1,0 » 3,1	0,15

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Разд. 3. (Исключен, Изм. № 2).

#### 4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

##### 4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси фтористоводородной и азотной кислот с водой и измерении атомной абсорбции свинца в пламени ацетилен-воздух при длине волны 283,8 нм.

##### 4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Стаканы фторопластовые вместимостью 50 см<sup>3</sup> или чашки платиновые вместимостью не менее 50 см<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:4.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Смесь для растворения; готовят по ГОСТ 15483.2.

Свинец по ГОСТ 3778 и ГОСТ 22861.

Растворы свинца стандартные.

Раствор А: 0,5000 г металлического свинца растворяют в 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:4, нагревают до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит  $5 \cdot 10^{-4}$  г свинца.

Раствор Б: 20 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит  $1 \cdot 10^{-4}$  г свинца.

Колбы полиэтиленовые вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Олово высокой чистоты по ГОСТ 860.

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

##### 4.3. Проведение анализа

4.3.1. В зависимости от массовой доли свинца навеску олова массой в соответствии с табл. 5 помещают в стакан из фторопласта или платиновую чашку вместимостью 50 см<sup>3</sup> и приливают небольшими порциями 10 см<sup>3</sup> смеси для растворения. Далее поступают, как указано в ГОСТ 15483.2. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 5, приливают смесь для растворения из расчета 10 см<sup>3</sup> смеси на 50 см<sup>3</sup> объема раствора, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 5\*

Массовая доля свинца, %	Масса навески, г	Вместимость мерных колб, см <sup>3</sup>
От 0,005 до 0,01	1	50
Св. 0,01 » 0,1	0,5	50
» 0,1 » 0,5	0,5	100
» 0,5 » 3,1	0,2	250

\* Табл. 3, 4. (Исключены, Изм. № 2).

Полученный раствор распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрометра и фотометрируют при длине волны 283,8 нм в условиях, указанных в ГОСТ 15483.2.

Концентрацию свинца устанавливают по градуировочному графику, фотометрируя одновременно с анализируемыми растворами серию растворов с известным содержанием свинца и контрольного опыта.

4.3.2. Для построения градуировочного графика в тринадцать стаканов из фторопласта или платиновых чашек помещают навеску олова высокой чистоты массой в соответствии с табл. 5, растворяют в 20 см<sup>3</sup> смеси для растворения, следя за тем, чтобы реакция не протекала бурно. По окончании растворения содержимое стакана нагревают в течение 1—2 мин, не доводя до кипения, и охлаждают. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> и в двенадцать из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 и 0,6 мг свинца и 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А, что соответствует 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 мг свинца. Объем раствора во всех колбах доводят водой до метки и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 4.3.1. По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям свинца строят градуировочный график.

4.3.1, 4.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4. Обработка результатов

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

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

где  $C_1$  — концентрация фотометрируемого раствора, г/см<sup>3</sup>;

$C_2$  — концентрация свинца в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем фотометрируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески олова, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

В.С. Баев, Т.П. Алманова, В.С. Мешкова, Г.М. Власова, Л.В. Мищенко, Л.Д. Савилова,  
Р.Д. Тресницкая

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.12.78 № 3300

## 3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4810—84

## 4. ВЗАМЕН ГОСТ 15483.5—70

## 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 860—75	4.2
ГОСТ 2062—77	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 3778—77	2.2; 4.2
ГОСТ 4109—79	2.2
ГОСТ 4233—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 4.2
ГОСТ 9849—86	2.2
ГОСТ 10484—78	4.2
ГОСТ 11293—89	2.2
ГОСТ 15483.0—78	1.1
ГОСТ 15483.2—78	4.2
ГОСТ 22861—93	2.2; 4.2

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

## 7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1984 г., октябре 1985 г., июне 1989 г. (ИУС 12—84, 1—86, 10—89)

Редактор *Л.И. Нахимова*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *Н.Л. Шнайдер*  
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 26.04.99. Подписано в печать 28.05.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-издл. 0,50.  
Тираж 131 экз. С 2914. Зак. 461.

---

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