

## БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

## Методы определения свинца

Tin bronze. Methods for the determination  
of lead

ГОСТ  
1953.2—79\*

(СТ СЭВ 1530—79)

Взамен  
ГОСТ 1953.2—74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 октября 1979 г. № 3899 срок действия установлен

с 01.01.81

до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения свинца (от 0,002 до 0,6 %), титриметрический метод определения свинца (от 1 до 30 %) и атомно-абсорбционный метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,002 до 0,02 % и свыше 0,02 до 12 %) в бронзах оловянных.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1530—79.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—81 при трех параллельных определениях.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

(от 0,002 до 0,6 %)

### 2.1. Сущность метода

Метод основан на предварительном отделении олова отгонкой в виде летучего тетрабромидо олова при растворении бронзы в смеси брома и бромистоводородной кислоты, отделении свинца от меди соосаждением свинца с гидроокисью железа аммиаком с

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

• Переиздание, июнь 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в феврале 1983 г.; Пост. № 896 от 21.02.83 (ИУС 6—83)

последующим растворением осадка и определением свинца на полярографе переменного или постоянного тока в растворе ортофосфорной кислоты.

## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного или постоянного тока и ячейка с выносным анодом (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капаящим катодом.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 5 % - ный раствор.

Кислота хлорная.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Смесь бромная для растворения, свежеприготовленная: девять объемов бромистоводородной кислоты смешивают с одним объемом брома.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:50.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, разбавленная 1:3 и 1М раствор.

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

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, 50 г/дм<sup>3</sup> в 5 %-ном растворе соляной кислоты.

Ртуть по ГОСТ 4658—73, марки Р0, осушенная.

Свинец по ГОСТ 3778—77 (СТ СЭВ 142—75), марки С0.

Растворы свинца. Раствор А; готовят следующим образом: 0,25 г металлического свинца растворяют при нагревании в 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты, удаляют кипячением окислы азота, охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г свинца.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0001 г свинца.

Азот газообразный по ГОСТ 9293—74.

## 2.3. Проведение анализа

Навеску бронзы массой 1 г при массовой доле свинца от 0,002 до 0,25 % и 0,5 г при массовой доле свинца свыше 0,25 % помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, накрывают часовым стеклом и растворяют в 20 см<sup>3</sup> бромной смеси. При неполном растворении сплава в стакан по каплям добавляют бром.

По окончании растворения приливают к раствору 20 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и упаривают раствор при умеренном нагревании до выделения густого белого дыма и осветления раствора. Раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана и часовое стекло водой и повторяют упаривание до появления густого белого дыма хлорной кислоты. Охлаждают стакан, ополаскивают стенки стакана не-

большим количеством воды и нагревают до растворения солей. Разбавляют раствор водой до 150 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, смесь нагревают до 60—70 °С и приливают аммиак до перехода всей меди в растворимый темно-синий аммиачный комплекс.

Раствор с осадком гидроокисей выдерживают в теплом месте 20 мин для коагуляции осадка, после чего фильтруют через бумажный фильтр средней плотности. стакан и осадок на фильтре промывают раствором аммиака, разбавленным 1:50. Воронку с осадком помещают над стаканом, в котором производилось осаждение, растворяют осадок в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и промывают фильтр 50 см<sup>3</sup> горячей воды. Полученный раствор разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup> и повторяют осаждение гидроокисей аммиаком, их отделение и растворение, как описано выше, еще два раза. Осадок на фильтре растворяют в 5 см<sup>3</sup> хлорной кислоты, промывают фильтр 50 см<sup>3</sup> горячей воды и полученный раствор упаривают до появления белого дыма хлорной кислоты. Добавляют 15 см<sup>3</sup> воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, приливают 14 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, разбавленной 1:3, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть полученного раствора объемом 10 см<sup>3</sup> переносят в полярографическую ячейку, предварительно промытую 1М раствором ортофосфорной кислоты. Через ячейку пропускают азот в течение 5—7 мин, прекращают перемешивание и снимают катодную полярограмму в интервале напряжений от минус 0,25 до минус 0,7 В. Восстановление свинца регистрируется около минус 0,5 В. Чувствительность полярографа выбирают таким образом, чтобы высота пика была не менее 20—25 мм.

Содержание свинца находят методом стандартных добавок. Аликвотную часть стандартного раствора Б (от 0,2 до 0,6 см<sup>3</sup>) добавляют в анализируемый раствор, перемешивают раствор в течение 2 мин и полярографируют так же, как в случае анализируемого раствора. Величину стандартной добавки подбирают так, чтобы высота пика свинца увеличивалась в 2—3 раза по сравнению с высотой пика свинца в растворе. Одновременно проводят контрольный опыт со всеми реактивами по описанной выше методике.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(h_1 - h_x) \cdot C \cdot V}{(h_2 - h_1) \cdot m} \cdot 100,$$

где  $h_x$  — высота пика свинца при контрольном опыте, мм;  
 $h_1$  — высота пика свинца в анализируемом растворе, мм;

$h_2$  — высота пика свинца в анализируемом растворе после введения стандартной добавки, мм;

$V$  — объем стандартного раствора, добавленный в анализируемый раствор, см<sup>3</sup>;

$C$  — концентрация стандартного раствора свинца, г/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески бронзы, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов анализа в процентах ( $Y$ ) не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$Y = 0,0008 + 0,01 X$$

где  $X$  — массовая доля свинца в сплаве, %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА (от 1,0 до 30 %)

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на титровании свинца при pH 5,4—6,0 раствором трилона Б в присутствии ксиленолового оранжевого в качестве индикатора после его выделения в виде серноокислого свинца и растворения в уксуснокислом аммонии.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 3.2. Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:50.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Смесь кислот азотной и соляной; готовят следующим образом: один объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—72.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207—75, раствор 30 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, раствор 250 г/дм<sup>3</sup>.

Свинец металлический по ГОСТ 3778—77 марки С0 (СТ СЭВ 142—75).

Индикатор ксиленоловый оранжевый, в виде хорошо растертой смеси с хлористым натрием в соотношении 1:100.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,05М раствор, готовят из фиксаля или следующим образом: 9,305 г трилона Б растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды при нагревании, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

Установка титра раствора трилона Б.

0,1 г свинца растворяют в 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 20 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и повторяют упаривание до появления белого дыма серной кислоты. После охлаждения к остатку приливают 150 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей и охлаждают, после чего приливают 40 см<sup>3</sup> этилового спирта и оставляют на 4 ч. Далее поступают так, как указано в п. 3.3.

Титр раствора трилона Б ( $T$ ), выраженный в граммах свинца на 1 мл раствора, вычисляют по формуле

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

где  $m$  — навеска свинца, г;

$V$  — объем раствора трилона Б, затраченный на титрование, см<sup>3</sup>.

### 3.3. Проведение анализа

Навеску бронзы массой 1 г при массовой доле свинца от 1 до 10 % и 0,2 г при массовой доле свинца от 10 до 30 % помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, накрывают часовым стеклом и растворяют в 15 см<sup>3</sup> смеси кислот при нагревании. После растворения сплава стекло ополаскивают водой, приливают 20 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, стенки стакана ополаскивают водой и вновь упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, приливают 150 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей и охлаждают. Затем приливают 40 см<sup>3</sup> этилового спирта и оставляют на 4 ч. Выделившийся осадок серноокислого свинца отфильтровывают на плотный фильтр, стакан ополаскивают серной кислотой, разбавленной 1:50, и осадок промывают этой же кислотой до полного удаления меди в промывных водах (проба с железистосинеродистым калнем), а затем 2—3 раза водой. Фильтр с осадком помещают в стакан, в котором велось осаждение, приливают 15 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония, нагревают до кипения и кипятят 2 мин.

Раствор переносят в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. В стакан с фильтром приливают два раза по 30 см<sup>3</sup> горячей воды, каждый раз сливая раствор в эту же колбу. В стакан с фильтром еще раз приливают 15 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония, нагревают до кипения и кипятят 2 мин, после чего раствор сливают в колбу и дважды повторяют операцию промывки водой. Обработку фильтра раствором уксуснокислого аммония и промывку водой повторяют.

В полученный раствор добавляют на кончике шпателя смесь ксиленолового оранжевого с хлористым натрием и медленно тит-

руют раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски в желтую.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3.4. Обработка результатов

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

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

где  $V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$T$  — титр раствора трилона Б по свинцу, г/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса пробы, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения ( $Y$ ) результатов определения в процентах не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$Y = 0,04 + 0,01X,$$

где  $X$  — массовая доля свинца в сплаве, %.

## 4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА (от 0,002 до 0,02 %)

### 4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения света атомами свинца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух, после предварительного выделения свинца с осаждением с гидроксидом железа.

### 4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для свинца.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1, 1:3 и 2М раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота хлорная.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Смесь для растворения, свежеприготовленная; готовят следующим образом: 9 частей бромистоводородной кислоты смешивают с одной частью брома.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:19.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76.

Железо хлорное, раствор 15 г/дм<sup>3</sup> в соляной кислоте, разбавленной 1:3.

Алюминий металлический, с массовой долей свинца ниже 0,001 %.

Алюминий хлористый, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 5 г алюминия растворяют в 150 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, с добавлением нескольких капель перекиси водорода. Раствор выпаривают до начала кристаллизации хлористого алюминия, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

Свинец по ГОСТ 3778—77 с массовой долей свинца не менее 99,9 %.

Стандартные растворы свинца.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г свинца растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0005 г свинца.

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> 2М раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0001 г свинца.

#### 4.3. Проведение анализа

4.3.1. *Для бронз, с массовой долей олова, кремния и алюминия до 0,05 %*

Навеску бронзы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1. Окислы азота удаляют кипячением и раствор разбавляют водой до объема 150 см<sup>3</sup>. Добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа (в бронзы, содержащие железо как легирующий компонент, не следует добавлять раствор хлорного железа), раствор нагревают до температуры 80—90 °С и добавляют аммиак до полного перехода меди и никеля в аммиачные комплексы. Осадок гидроокисей оставляют стоять в течение 10 мин при температуре 60 °С, фильтруют на фильтр средней плотности и промывают горячим раствором аммиака, разбавленным 1:19, для удаления меди и никеля, а затем 3 раза горячей водой.

Осадок с развернутого фильтра смывают горячей водой в стакан, в котором проводили осаждение, фильтр промывают 10 см<sup>3</sup> горячего раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1, а затем водой. Промытый фильтр отбрасывают, а раствор выпаривают до объема 5 см<sup>3</sup>. Раствор охлаждают, добавляют 10 см<sup>3</sup> воды, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца в пламени ацетилен-воздух при длине волны 283,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

4.3.2. *Для бронз, с массовой долей олова свыше 0,05 %.*

Навеску бронзы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> смеси для растворения и осторожно нагревают до полного растворения. Затем добавляют 10 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и упаривают до объема 4 см<sup>3</sup>. Остаток охлаждают, добавляют 30 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Раствор разбавляют водой до объема 150 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, нагревают до температуры 80—90 °С, добавляют аммиак до полного перехода меди в аммиачный комплекс и далее анализ ведут, как указано в п. 4.3.1.

#### 4.3.3. Для бронз, с массовой долей кремния свыше 0,05 %

Навеску бронзы массой 2 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и нагревают до появления густых белых паров. Остаток охлаждают, добавляют 30 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Раствор переносят в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до объема 150 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, нагревают до температуры 80—90 °С, добавляют аммиак до полного перехода меди в аммиачный комплекс и далее анализ ведут, как указано в п. 4.3.1.

#### 4.3.4. Для бронз, содержащих алюминий как компонент

Навеску бронзы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, с добавкой нескольких капель соляной кислоты. Окислы азота удаляют кипячением и раствор разбавляют водой до объема 150 см<sup>3</sup>. Раствор нагревают до температуры 80—90 °С, добавляют аммиак до полного перехода меди в аммиачный комплекс и далее анализ ведут, как указано в п. 4.3.1.

#### 4.3.5. Построение градуировочных графиков

##### 4.3.5.1. Для бронз, не содержащих алюминий как компонент

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б свинца. В каждую колбу добавляют по 10 см<sup>3</sup> 2М раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 4.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

##### 4.3.5.2. Для бронз, содержащих алюминий как компонент

В семь мерных колб вместимостью по 50 см<sup>3</sup> помещают, в зависимости от содержания алюминия в пробе, от 2 до 10 см<sup>3</sup> раствора хлористого алюминия и в шесть из них добавляют 0,5; 1,25; 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б свинца, по 5 см<sup>3</sup> 2М раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 4.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.



## 4.4. Обработка результатов

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

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

где C — концентрация свинца, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

V — объем конечного раствора пробы, см<sup>3</sup>;

m — масса навески, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля свинца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,005	0,0008
Св. 0,005 » 0,010	0,001
» 0,010 » 0,025	0,002
» 0,025 » 0,050	0,004
» 0,05 » 0,10	0,005
» 0,10 » 0,50	0,02
» 0,50 » 1,0	0,06
» 1,0 » 4,0	0,08
» 4,0 » 7,0	0,12
» 7,0 » 9,0	0,15
» 9,0 » 12,0	0,20

### 5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА (свыше 0,02 до 12 %)

## 5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами свинца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух.

## 5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для свинца.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 2M и 1M растворы.

Смесь кислот для растворения; готовят следующим образом: объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота хлорная.

Свинец по ГОСТ 3778—77 с массовой долей свинца не менее 99,9 %.

Стандартные растворы свинца.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г свинца растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0005 г свинца.

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> 2М раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0001 г свинца.

### 5.3. Проведение анализа

5.3.1. Для бронз, с массовой долей олова и кремния до 0,05 %

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 2, помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

Таблица 2

Массовая доля свинца, %		Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>	Объем 2М раствора соляной кислоты, см <sup>3</sup>	Объем раствора пробы после разбавления, см <sup>3</sup>
От	0,02 до 1	1	—	—	100
Св.	1 » 6	1	10	10	100
»	6 » 12	0,5	10	25	250

При массовой доле свинца свыше 1 % 10 см<sup>3</sup> раствора переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 2), добавляют 2М раствор соляной кислоты (см. табл. 2) и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца в пламени ацетилен-воздух при длине волны 283,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

5.3.2. Для бронз, с массовой долей олова свыше 0,05 %

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 2, помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> смеси кислот. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, ополаскивают стенки стакана 1М раствором соляной кислоты и доливают до метки той же кислотой. При массовой доле свинца свыше 1 % 10 см<sup>3</sup> раствора переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 2) и доливают до метки 1М раствором соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 5.3.1.

### 5.3.3. Для бронз, с массовой долей кремния свыше 0,05 %

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 2, помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и нагревают до появления густых белых паров. Остаток растворяют при нагревании в воде.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки. При массовой доле свинца свыше 1 % 10 см<sup>3</sup> раствора переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 2), добавляют 2М раствор соляной кислоты (см. табл. 2) и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 5.3.1.

### 5.3.4. Построение градуировочного графика

В одиннадцать из двенадцати мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 1,0; 2,5; 5,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б и 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А свинца. Во все колбы добавляют по 10 см<sup>3</sup> 2М раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 5.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

### 5.4. Обработка результатов

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

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

где C — концентрация свинца, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

V — объем конечного раствора пробы, см<sup>3</sup>;

m — масса навески, содержащаяся в конечном объеме раствора пробы, г.

5.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Разд. 4, 5. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 1953.2—79 Бронзы оловянные. Методы определения свинца

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.08.90 № 2414

Дата введения 01.03.91

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.  
По всему тексту стандарта заменить единицу: М на моль/дм<sup>3</sup>.

*(Продолжение см с. 52)*

Вводная часть. Первый абзац после обозначения «(от 0,002 до 0,6 %)» дополнить словами: «электрогравиметрический метод определения свинца (от 1 до 4 %)»;

первый абзац дополнить словами: «по ГОСТ 5017—74, ГОСТ 613—79 и ГОСТ 614—73».

Пункт 1.1. Заменить слова: «по ГОСТ 25086—81 при трех параллельных определениях» на «по ГОСТ 25086—87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1—79».

*(Продолжение см. с. 53)*

Пункт 2.2. Второй абзац. Заменить слова: «5%-ный раствор» на 1:10;  
 девятый абзац. Заменить слова: «в 5%-ном растворе соляной кислоты» на «в соляной кислоте 1:10»;

двенадцатый абзац. Исключить ссылку: (СТ СЭВ 142—75).

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений ( $d$  — показатель сходимости при  $n=3$ ), указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля свинца, %	$d$ , %	$D$ , %
От 0,002 до 0,005 включ.	0,0008	0,001
Св. 0,005 » 0,010 »	0,001	0,001
» 0,010 » 0,025 »	0,002	0,003
» 0,025 » 0,050 »	0,004	0,006
» 0,05 » 0,10 »	0,005	0,007
» 0,10 » 0,25 »	0,01	0,014
» 0,25 » 0,50 »	0,02	0,03
» 0,50 » 1,0 »	0,06	0,08
» 1,0 » 4,0 »	0,08	0,1
» 4,0 » 7,0 »	0,12	0,2
» 7,0 » 9,0 »	0,15	0,2
» 9,0 » 20,0 »	0,20	0,3
» 20,0 » 30,0 »	0,25	0,4

Раздел 2 дополнить пунктами — 2.4.3, 2.4.4: «2.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

2.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315—78, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Пункт 3.2. Седьмой абзац. Заменить значение: 250 на 150; дополнить словами: «(на 1 дм<sup>3</sup> раствора добавляется 3 см<sup>3</sup> соляной кислоты)»;

восьмой абзац. Исключить ссылку: (СТ СЭВ 142—75);

одиннадцатый абзац. Заменить значение: 0,05 М на 0,025 моль/дм<sup>3</sup>;

двенадцатый, четырнадцатый абзацы. Заменить слово: «титр» на «массовая концентрация»;

заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.3. Первый абзац после слов «на плотный фильтр» дополнить словами: «с фильтробумажной массой»;

заменить слова: «приливают 15 см<sup>3</sup>» на «приливают 50 см<sup>3</sup>»; дополнить словами: «Затем разбавляют водой до объема 80 см<sup>3</sup> и раствор охлаждают»;

второй абзац исключить.

Пункт 3.4.1. Заменить слово: «титр» на «массовая концентрация».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений ( $d$  — показатель сходимости при  $n=3$ ), указанных в табл. 1».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.4.3, 3.4.4: «3.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

3.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315—78, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Пункт 4.4.2 изложить в новой редакции: «4.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений ( $d$  — показатель сходимости при  $n=3$ ), указанных в табл. 1».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.4.3, 4.4.4: «4.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

4.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315—78, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных полярографическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Пункт 5.4.2 изложить в новой редакции: «5.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений ( $d$  — показатель сходимости при  $n=3$ ), указанных в табл. 1».

Раздел 5 дополнить пунктами — 5.4.3—5.4.5: «5.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

5.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят, как указано в п. 4.4.4.

5.4.5. Атомно-абсорбционный метод применяется в случае разногласий в оценке качества оловянных бронз».

Стандарт дополнить разделом — 6:

## «6. Электрогравиметрический метод определения свинца

### 6.1. Сущность метода

Метод основан на выделении свинца электролизом после предварительного отделения олова в виде метаоловянной кислоты и взвешивания выделившегося осадка двуокиси свинца на аноде.

### 6.2. Аппаратура, реактивы

Электролизная установка постоянного тока.

Платиновые сетчатые электроды по ГОСТ 6563—75.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1 и 1:100.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор 300 г/дм<sup>3</sup>.

### 6.3. Проведение анализа

Навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. После растворения сплава стекло снимают, ополаскивают водой и упаривают раствор до 5—10 см<sup>3</sup>. К остатку добавляют 50 см<sup>3</sup> горячей воды, 10 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого аммония и выдерживают в теплом месте в течение 1 ч.

Осадок метаоловянной кислоты отфильтровывают на плотный фильтр с фильтробумажной массой, собирая фильтрат в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>. Фильтр с осадком промывают горячей азотной кислотой (1:100) до полного удаления меди и свинца.

Выделенный осадок метаоловянной кислоты используют при гравиметрическом методе определения олова по ГОСТ 1953.3—79. Фильтрат упаривают до 150 см<sup>3</sup>, в раствор погружают взвешенный анод и катод и проводят электролиз при силе тока 1,5—2 А при перемешивании раствора. Стакан с электролитом должен быть накрыт двумя половинками часового стекла, стеклянной или пластиковой пластинкой с прорезями для электродов и мешалки.

(Продолжение см. с. 55)

Через 30 мин от начала электролиза снимают стекло или пластинку, ополаскивают водой и продолжают электролиз в течение 15 мин. Если после этого на свежепогруженной в раствор части анода не выделяется осадок, электролиз считается законченным. Не выключая тока, вынимают электроды из электролита, ополаскивают электроды, собирая промывные воды в стакан с электролитом, отключают ток, снимают анод с осадком двуокиси свинца, погружают его в стакан с водой, а затем в стакан со спиртом, высушивают его при 160—170 °С до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

Одна порция спирта (200 см<sup>3</sup>) может быть использована для промывки 20 электродов.

#### 6.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \times 0,8662}{m}$$

(Продолжение см. с. 56)



где  $m_1$  — масса анода, г;

$m_2$  — масса анода с выделившимся осадком двуокиси свинца, г;

0,8662 — коэффициент пересчета с двуокиси свинца на свинец;

$m$  — масса навески, г.

6.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений ( $d$  — показатель сходимости при  $n=3$ ), указанных в табл. 1.

6.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

6.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденных по ГОСТ 8.315—78, или сопоставлением результатов, полученных титриметрическим или атомно-абсорбционным методами, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

(ИУС № 11 1990 г.)