

**СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ****Методы определения свинца**Copper-zinc alloys.  
Methods for the determination of lead**ГОСТ  
1652.2—77**

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—07—01

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический и электрогравиметрический методы определения свинца (при массовой доле свинца от 0,5 до 5 %), полярографический метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,001 до 5 %), фотометрический метод определения свинца (от 0,005 до 1,0 %) и атомно-абсорбционный метод определения свинца (от 0,005 до 5,0 %) в медно-цинковых сплавах по ГОСТ 15527, ГОСТ 17711 и ГОСТ 1020.

Стандарт полностью соответствует ИСО 4749.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

**2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА****2.1. Сущность метода**

Метод основан на титровании свинца при pH 5,5—6,0 раствором трилона Б в присутствии ксиленолового оранжевого в качестве индикатора до перехода окраски из фиолетовой в желтую.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

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

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

Свинец марки С0 по ГОСТ 3778.

Индикатор ксиленоловый оранжевый, препарат в смеси с хлористым натрием в соотношении 1:100, хорошо растертый.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствор; готовят 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.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

## УСТАНОВКА МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРА ТРИЛОНА Б

0,1 г свинца растворяют в 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 40 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, обмывают стенки стакана водой и повторяют выпаривание до появления белого дыма серной кислоты. Затем раствор охлаждают, приливают 150 см<sup>3</sup> воды и нагревают до кипения, после чего вновь охлаждают, приливают 40 см<sup>3</sup> этилового спирта и оставляют на 4 ч. Далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.

Массовая концентрация раствора трилона Б ( $T$ ), выраженный в граммах свинца на 1 см<sup>3</sup> раствора, вычисляют по формуле

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

где  $m$  — масса навески свинца, г;

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

### 2.3. Проведение анализа

#### 2.3.1. Для сплавов, не содержащих кремния

2 г сплава 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 обмывают стекло, приливают 40 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, стенки стакана обмывают водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты.

Остаток охлаждают, приливают 150 см<sup>3</sup> воды, нагревают до кипения и снова охлаждают. Затем приливают 40 см<sup>3</sup> этилового спирта и оставляют на 4 ч. Выделившийся осадок сернокислого свинца отфильтровывают на плотный фильтр, стакан ополаскивают серной кислотой, разбавленной 1:50, и промывают осадок этой же кислотой до полного удаления двухвалентной меди (проба с железистосинеродистым калием), а затем два-три 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 сливают в коническую 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 ту же колбу. Снова в стакан с фильтром приливают 15 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония и повторяют обработку фильтра.

В полученный раствор добавляют немного (на кончике шпателя) смеси ксиленолового оранжевого с хлористым натрием и титруют раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски в желтую.

#### 2.3.2. Для сплавов, содержащих кремний

2 г сплава помещают в платиновую чашку и растворяют в 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 1 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты. После растворения сплава раствор охлаждают, приливают 40 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, соли растворяют в воде и переводят раствор в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Ополаскивают чашку водой так, чтобы объем не превышал 150 см<sup>3</sup>. Раствор нагревают и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

#### 2.4. О б р а б о т к а р е з у л ь т а т о в

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

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

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

$T$  — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески сплава, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений ( $d$  — сходимост) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля свинца, %  | $d$ , % | $D$ , % |
|--------------------------|---------|---------|
| От 0,001 до 0,003 включ. | 0,0002  | 0,0003  |
| Св. 0,003 » 0,005 »      | 0,0005  | 0,0007  |
| » 0,005 » 0,010 »        | 0,001   | 0,0014  |
| » 0,010 » 0,025 »        | 0,0025  | 0,0035  |
| » 0,025 » 0,050 »        | 0,004   | 0,006   |
| » 0,05 » 0,12 »          | 0,01    | 0,014   |
| » 0,12 » 0,60 »          | 0,02    | 0,03    |
| » 0,6 » 1,5 »            | 0,04    | 0,05    |
| » 1,5 » 5,0 »            | 0,08    | 0,11    |

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — воспроизводимость) не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

2.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО); или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. (Измененная реакция, Изм. № 3).

### 3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на предварительном отделении свинца от основ-

## С. 5 ГОСТ 1652.2—77

ных металлов сосаждением с гидроокисью железа в аммиачном растворе с последующим определением свинца полярографическим методом.

### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф типа ПО 5122 или ПТТ-1, или любой другой полярограф переменного тока.

Ячейка полярографическая, выполненная из стекла, с выносным анодом (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капающим катодом.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1 и 5 %-ный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота хлорная, ч.д.а.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и 2 %-ный раствор.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор 10 г/дм<sup>3</sup> в 5 %-ном растворе соляной кислоты.

Свинец марки С0 по ГОСТ 3778.

Стандартные растворы свинца

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г 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 раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

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

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

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г свинца; готовят непосредственно перед использованием.

Ртуть марки Р0 по ГОСТ 4658, обезвоженная.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, 30 %-ный раствор.

Кислота аскорбиновая.

Желатин, раствор 5 г/дм<sup>3</sup> (свежеприготовленный).

Смесь кислот: концентрированные азотная и соляная кислоты в соотношении 1:3.

Аммоний хлористый по ГОСТ 2210.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

### 3.3. Проведение анализа

#### 3.3.1. Для всех сплавов, содержащих олово менее 0,05 %

Навеску сплава (табл. 2) помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, накрывают часовым стеклом и осторожно растворяют в 20 см<sup>3</sup> смеси для растворения. При неполном растворении в стакан добавляют по каплям бром. Приливают к раствору 20 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и выпаривают раствор до осветления и появления густого белого дыма хлорной кислоты (объем оставшегося раствора не должен превышать 5 см<sup>3</sup>).

Охлаждают стакан, обмывают стенки стакана небольшим количеством воды, нагревают до растворения солей и добавляют воду до 100—150 см<sup>3</sup>.

#### 3.3.2. Для сплавов, содержащих олово свыше 0,05 %

Навеску сплава массой (табл. 2) помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> смеси кислот и растворяют при нагревании. После растворения раствор охлаждают и добавляют воды до 100—150 см<sup>3</sup>.

Т а б л и ц а 2

| Массовая доля свинца в сплаве, % | Масса навески, г | Объем полярографируемого раствора, см <sup>3</sup> |
|----------------------------------|------------------|--|
| От 0,001 до 0,003 включ.         | 1                | 40   |
| Св. 0,003 » 0,01 »               | 1                | 20   |
| » 0,01 » 0,025 »                 | 1                | 10   |
| » 0,025 » 0,05 »                 | 0,5              | 5  |
| » 0,05 » 0,1 »                   | 0,5              | 2  |
| » 0,1 » 0,5 »                    | 0,1              | 5  |
| » 0,5 » 2,5 »                    | 0,1              | 2  |
| » 2,5 » 5 »                      | 0,1              | 1  |

3.3.3. К полученному раствору (см. п. 3.3.1 и 3.3.2) приливают 1 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа (при массовой доле железа в сплаве менее 0,5 %), добавляют 3 г хлористого аммония и раствор аммиака до окрашивания раствора в темно-синий цвет и сверх этого еще 5 см<sup>3</sup> раствора аммиака и выдерживают при 60—70 °С в течение 20 мин.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности. Стакан и осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячим 2 %-ным раствором аммиака. Воронку с осадком помещают над стаканом, в котором производилось осаждение, растворяют осадок в 20 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, добавляя несколько капель перекиси водорода при наличии в сплаве марганца.

Фильтр промывают в 30 см<sup>3</sup> горячей воды, раствор разбавляют до 125—150 см<sup>3</sup> и повторяют осаждение.

После растворения осадка в 20 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты (1:1) фильтр промывают 6 раз горячей водой, добавляют 3—5 см<sup>3</sup> перекиси водорода и выпаривают досуха. К сухому остатку добавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), 3 см<sup>3</sup> перекиси водорода и повторяют выпаривание. Охлажденный остаток растворяют в 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора желатина и аскорбиновую кислоту до исчезновения желтой окраски трехвалентного железа. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

Одновременно с определением свинца в сплаве проводят контрольный опыт со всеми реактивами по описанной выше методике.

3.3.4. Отбирают из колбы аликвотную часть раствора (см. табл. 2) и переносят в полярографическую ячейку, разбавляют водой до 20 см<sup>3</sup> при массовой доле свинца свыше 0,01 %. Раствор в ячейке деаэрируют, пропуская азот в течение 5—7 мин, прекращают перемешивание и снимают катодную поляризационную кривую в интервале напряжений от минус 0,3 до минус 0,7 В. Пик восстановления свинца наблюдается в области минус 0,45 В. Чувствительность регистрирующего прибора выбирается таким образом, чтобы пик свинца был не менее 15 мм.

3.3.5. Содержание свинца находят методом стандартных добавок. Аликвотную часть раствора А или Б, в зависимости от содержания свинца, добавляют в полярографируемый раствор, перемешивают раствор 3 мин и далее анализ ведут, как при определении содержания свинца в испытуемом растворе (см. п. 3.3.4).

Значение стандартной добавки выбирают таким образом, чтобы высота пика свинца после введения добавки увеличилась в 1,5—2 раза.

3.3.1—3.3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. **Обработка результатов**

3.4.1. Массовую долю свинца ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(h_1 - h) \cdot V \cdot C}{(h_2 - h_1) \cdot m},$$

где  $h$  — высота пика свинца при полярографировании раствора контрольного опыта, мм;

$h_1$  — высота пика свинца при полярографировании испытуемого раствора, мм;

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

$V$  — объем стандартной добавки, мм<sup>3</sup>;

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

$m$  — масса навески сплава, взятая для полярографирования, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений ( $d$  — сходимостъ) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

3.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

3.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

**3.4.3, 3.4.4. (Измененная редакция, Изм. № 3).**

#### 4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

##### 4.1. Сущность метода

Метод основан на экстракции свинца из щелочной тартратной среды хлороформом в виде диэтилдитиокарбамината, замещении в экстракте свинца медью, встряхивании экстракта с избытком водного раствора серноокислой меди и измерений оптической плотности полученного хлороформного раствора диэтилдитиокарбамината меди.

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

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

## С. 9 ГОСТ 1652.2—77

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 400 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 500 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:50.

Диэтилдитиокарбаминат натрия по ГОСТ 8864, водный раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Фенолфталеин, раствор 10 г/дм<sup>3</sup> в этаноле.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Медь серноокислая безводная раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Хлороформ.

Свинец по ГОСТ 3778, марки С0.

Стандартные растворы свинца

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г свинца растворяют в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. После удаления окислов азота кипячением раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

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

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

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г свинца.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий серноокислый безводный по ГОСТ 4166.

Железо, стандартный образец № 126 (сталь низкоуглеродистая).

Раствор азотнокислого железа; готовят растворением 1,005 г стандартного образца № 126 в 15 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты с последующим разбавлением раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>.

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

Кислота хлорная.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения, свежеприготовленная: смешивают бромистоводородную кислоту с бромом в соотношении 9:1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

### 4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1,

и 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Раствор разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup>, добавляют 5 г хлористого аммония и 30 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого железа (для сплавов с массовой долей менее 0,5 % железа), нагревают до 80—90 °С и добавляют аммиак до перехода всей меди в растворимый аммиачный комплекс. Осадку дают скоагулироваться в теплом месте в течение 20—30 мин, после чего осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и отмывают от меди горячим раствором аммиака, разбавленным 1:50. Осадок растворяют в 10 см<sup>3</sup> горячей азотной кислоты, разбавленной 1:1, и повторяют осаждение гидроокисей, растворение и промывание осадка до исчезновения ионов меди в фильтрате (проба с диэтилдитиокарбаматом натрия в хлороформе).

Осадок растворяют в 10 см<sup>3</sup> горячей азотной кислоты, разбавленной 1:1, в стакан, в котором производилось осаждение, и кипятят до удаления окислов азота. При содержании свинца менее 0,01 % на экстракцию используют весь раствор, при содержании свинца более 0,01 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть раствора 25 см<sup>3</sup> (при массовой доле свинца от 0,01 до 0,05 %), 10 см<sup>3</sup> (при массовой доле свинца от 0,05 до 0,2 %) или 5 см<sup>3</sup> (при массовой доле свинца от 0,2 до 0,5 %) или 2,5 см<sup>3</sup> (при массовой доле свинца от 0,5 до 1 %) переносят в делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Раствор в воронке разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>, добавляют 15 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия по фенолфталеину до появления розовой окраски и сверх этого добавляют еще 3—5 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия. Затем прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамината натрия, 15 см<sup>3</sup> хлороформа и экстрагируют свинец в виде диэтилдитиокарбамината, встряхивая 5 мин. Нижний хлороформный слой сливают в другую делительную воронку так, чтобы в края воронки не попал водный раствор. К оставшейся водной фазе прибавляют 5 см<sup>3</sup> хлороформа и встряхивают 3 мин. Хлороформный слой присоединяют к основному экстракту и прибавляют 20 см<sup>3</sup> раствора серноокислой меди и встряхивают 5 мин. Окрашенный хлороформный слой переводят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, в которую уже добавлено 0,2 г серноокислого натрия. Хлороформный раствор в мерной колбе доливают хлороформом до метки и измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны 435 нм или на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной слоя 1 или 2 см с синим светофильтром. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.1а. При массовой доле олова в сплаве свыше 0,1 % навеску пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> смеси для растворения и растворяют при нагревании. При неполном растворении добавляют бром по каплям. Затем добавляют 10—15 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и выпаривают раствор до осветления и появления густого белого дыма хлорной кислоты (объем оставшегося раствора не должен превышать 5 см<sup>3</sup>). После охлаждения ополаскивают стенки стакана водой, нагревают до растворения солей, раствор разбавляют водой до объема 150 см<sup>3</sup>, добавляют 5 г хлористого аммония и далее поступают, как указано в п. 4.3.1.

**(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

#### 4.3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью по 250 см<sup>3</sup> вносят 0; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>, добавляют по 15 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты и далее анализ ведут, как указано в п. 4.3.1.

#### 4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю свинца ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где  $m$  — масса свинца, найденная по градуировочному графику, г;  
 $m_1$  — масса навески сплава, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений ( $d$  — сходимостъ) не должны превышать допустимых значений, указанных в табл. 1.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

4.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — воспроизводимостъ) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

4.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

4.4.3, 4.4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

## 5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

### 5.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте или в смеси азотной и соляной кислот и измерении атомной абсорбции свинца в пламени ацетилен — воздух при длине волны 283,3 нм.

### 5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр.

Лампа с полым катодом или другой источник резонансного излучения для свинца.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Смесь кислот азотной и соляной в соотношении 1:3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Ацетилен по ГОСТ 5475.

Свинец по ГОСТ 3778.

Стандартный раствор свинца: 1 г свинца растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (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 содержит 0,001 г свинца.

Медь по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

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

### 5.3. Проведение анализа

5.3.1. При определении свинца используют навески сплава, указанные в табл. 3.

Т а б л и ц а 3

| Массовая доля свинца, % | Масса навески сплава, г | Объем кислоты для растворения, см <sup>3</sup> |
|-------------------------|-------------------------|--|
| От 0,005 до 0,05 включ. | 3                       | 30   |
| Св. 0,05 » 0,2 »        | 1                       | 15   |
| » 0,2 » 5 »             | 0,1                     | 10   |

(Измененная редакция, Изм. № 2).

### 5.3.2. Анализ сплавов, не содержащих олова и кремния

Навеску сплава растворяют при нагревании в азотной кислоте (1:1) (см. табл. 3). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

### 5.3.3. Анализ сплавов, содержащих олово

Навеску сплава растворяют при нагревании в смеси кислот (см. табл. 3). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

### 5.3.4. Анализ сплавов, содержащих кремний

Навеску сплава помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в азотной кислоте (1:1) (см. табл. 3) и 3 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты. Раствор упаривают до объема 3—4 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и снова упаривают до объема 3—4 см<sup>3</sup>. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

### 5.3.5. Приготовление градуировочных растворов

В одиннадцать из двенадцати мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора свинца, что соответствует 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5 и 5,0 мг свинца. Если масса навески сплава составляет 1 или 3 г, во все колбы добавляют по 10 или по 30 см<sup>3</sup> стандартного раствора меди и доливают водой до метки.

5.3.6. Измеряют атомную абсорбцию свинца в растворах анализируемых сплавов и в градуировочных растворах, регистрируя аналитические сигналы. По полученным значениям строят градуировочный график.

## 5.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где  $c_1$  — концентрация свинца в анализируемом растворе сплава, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$c_2$  — концентрация свинца в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

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

$m$  — масса навески сплава, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений ( $d$  — сходимост) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

5.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полу-

ченных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

5.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

5.4.2—5.4.4. (Измененная редакция, Изм. № 3).

## 6. ЭЛЕКТРОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

### 6.1. Сущность метода

Метод основан на выделении свинца электролитически в виде его двуокиси на аноде и взвешивании выделившегося осадка двуокиси свинца.

### 6.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Электролизная установка постоянного тока.

Платиновые сетчатые электроды по ГОСТ 6563.

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

### 6.3. Проведение анализа

#### 6.3.1. Анализ сплавов, не содержащих олова

Навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения сплава и удаления оксидов азота стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), разбавляют раствор до 100—150 см<sup>3</sup> водой.

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. 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 считают законченным. Не выключая тока, быстро удаляют стакан с электро-

литом и промывают электроды, подставляя по очереди три стакана с дистиллированной водой. Выключают ток, снимают анод с осадком двуокиси свинца, высушивают его при 160—170 °С в течение 20—30 мин до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

### 6.3.2. Анализ сплавов, содержащих олово

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, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения сплава стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой и раствор упаривают до 5—10 см<sup>3</sup>. К остатку добавляют 60—70 см<sup>3</sup> горячей воды и раствор с осадком выдерживают при 60—70 °С в теплом месте или на водяной бане 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) 5—6 раз. В фильтрат добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), разбавляют водой 100—150 см<sup>3</sup> и проводят электролиз, как указано в п. 5.3.1.

## 6.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 0,8661 \cdot 100}{m_2},$$

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

$m_1$  — масса анода, г;

0,8661 — коэффициент пересчета двуокиси свинца на свинец;

$m_2$  — масса навески, г.

6.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений ( $d$  — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

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

6.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным об-

разцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

6.4.2—6.4.4. (Измененная редакция, Изм. № 3).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

### 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

#### РАЗРАБОТЧИКИ

Ю.Ф. Шевакин, М.Б. Таубкин, А.А. Немодрук, Н.В. Егизарова (руководитель темы), И.А. Воробьева

### 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.04.77 № 1062

### 3. ВЗАМЕН ГОСТ 1652.2—71

### 4. Стандарт полностью соответствует ИСО 4749—84

### 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта           |
|---|-----------------------------------|
| ГОСТ 8.315—91                           | 2.4.4, 3.4.4, 4.4.4, 5.4.4, 6.4.4 |
| ГОСТ 859—78                             | 5.2                               |
| ГОСТ 1020—77                            | Вводная часть                     |
| ГОСТ 1652.1—77                          | 1.1                               |
| ГОСТ 2062—77                            | 3.2                               |

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта                 |
|---|---|
| ГОСТ 2210—73                            | 3.2                                     |
| ГОСТ 3117—78                            | 2.2                                     |
| ГОСТ 3118—77                            | 2.2, 4.2, 5.2                           |
| ГОСТ 3760—79                            | 3.2, 4.2                                |
| ГОСТ 3773—72                            | 4.2                                     |
| ГОСТ 3778—77                            | 2.2, 4.2, 5.2                           |
| ГОСТ 4109—79                            | 3.2, 4.2                                |
| ГОСТ 4147—74                            | 3.2                                     |
| ГОСТ 4166—76                            | 4.2, 5.2                                |
| ГОСТ 4204—77                            | 2.2, 3.2, 5.2                           |
| ГОСТ 4207—75                            | 2.2                                     |
| ГОСТ 4233—77                            | 2.2                                     |
| ГОСТ 4328—77                            | 4.2                                     |
| ГОСТ 4461—77                            | 2.2, 3.2, 4.2, 5.2, 6.2                 |
| ГОСТ 4658—73                            | 3.2                                     |
| ГОСТ 5475—69                            | 5.2                                     |
| ГОСТ 5817—77                            | 4.2                                     |
| ГОСТ 6563—75                            | 6.2                                     |
| ГОСТ 8864—71                            | 4.2                                     |
| ГОСТ 9293—74                            | 3.2                                     |
| ГОСТ 10484—78                           | 5.2                                     |
| ГОСТ 10652—73                           | 2.2                                     |
| ГОСТ 10929—76                           | 3.2                                     |
| ГОСТ 14261—77                           | 3.2                                     |
| ГОСТ 15527—70                           | Вводная часть                           |
| ГОСТ 17711—93                           | Вводная часть                           |
| ГОСТ 18300—87                           | 2.2, 4.2                                |
| ГОСТ 25086—87                           | 1.1, 2.4.4, 3.4.4, 4.4.4, 5.4.4, 6.4.4. |

6. Постановлением Госстандарта от 28.12.92 № 1525 снято ограничение срока действия

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в ноябре 1987 г., октябре 1990 г., декабре 1992 г. (ИУС 2—88, 2—90, 3—93)