

БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ**Метод определения свинца**

Bronze fire-resistance. Method for the determination of lead

ГОСТ**23859.7—79**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 октября 1979 г. № 3937 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,002 до 0,006 %).

Метод основан на выделении свинца соосаждением гидроокисью железа (III) в аммиачной среде и последующим определением его на полярографе переменного тока на фоне 1М фосфорной кислоты. Максимум тока восстановления свинца регистрируется при минус 0,55 В.

1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23859.0—79.

2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного тока ППТ-1.

Ячейка полярографическая (емкостью 40 мл), выполненная из стекла с выносным анодом (насыщенным каломельным электродом) и ртутным капающим электродом.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64 и 2%-ный раствор.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—58 и 1 М раствор.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор 10 г/л в 5%-ной соляной кислоте.

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

Кислота хлорная.



Свинец марки С0 по ГОСТ 3778—77.

Стандартные растворы свинца.

Раствор А. 0,1 г свинца растворяют при нагревании в 30 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. Окислы азота удаляют кипячением, раствор охлаждают, приливают 50 мл воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают до метки водой и перешивают.

1 мл раствора А содержит 0,0001 г свинца.

Раствор Б. 10 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют 4 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,00001 г свинца.

Ртуть марки РО по ГОСТ 9293—74, не содержащая влаги.

3. Проведение анализа

3.1. Для бронз, содержащих хром

Навеску сплава массой 1 г помещают в платиновую чашку, добавляют 20 мл концентрированной азотной кислоты и 10 мл фтористоводородной кислоты, растворяют при нагревании и раствор упаривают до получения влажного остатка. После охлаждения к нему добавляют 20 мл концентрированной азотной кислоты и вновь упаривают раствор до получения влажного остатка. Операцию упаривания с азотной кислотой повторяют еще два раза.

Влажный остаток растворяют в 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, переводят раствор в стакан вместимостью 250 мл и разбавляют водой до 130—150 мл.

3.2. Для бронз, не содержащих хрома.

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 мл, добавляют 15 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, накрывают стакан часовым стеклом и растворяют при нагревании.

После растворения сплава и удаления окислов азота кипячением, стекло и стенки стакана ополаскивают водой и раствор разбавляют водой до 130—150 мл.

3.3. Окончание анализа

Во всех случаях к полученному раствору приливают 1 мл раствора хлорного железа и добавляют аммиак до перехода меди в растворимый темно-синий комплекс и, сверх этого, добавляют еще 5 мл аммиака. Раствор выдерживают при температуре 60—70°С в течение 20 мин и фильтруют через фильтр средней плотности. Стакан и осадок промывают 3—4 раза горячим 2%-ным раствором аммиака. Воронку с осадком помещают над стаканом, в котором производилось осаждение, растворяют осадок в 20 мл горячей соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Фильтр промывают 30 мл горячей воды и раствор разбавляют до объема 130—150 мл водой, и повторяют осаждение.

После трехкратного переосаждения осадок смывают горячей водой в стакан и растворяют его в 5 мл хлорной кислоты. Фильтр

промывают горячей водой и полученный раствор упаривают до появления белого дыма хлорной кислоты. Разбавляют раствор водой до объема 15 мл, приливают 14 мл концентрированной ортофосфорной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл, разбавляют до метки водой и перемешивают. Отбирают из колбы аликвотную часть раствора (10—20 мл) и переносят в полярографическую ячейку, предварительно промытую 1М ортофосфорной кислотой. Раствор в ячейке деаэрируют 5—7 мин пропуская азот, прекращают подачу азота и снимают полярограмму в интервале от минус 0,3 до минус 0,7 В. Пик восстановления свинца регистрируют при минус 0,55 В. Чувствительность регистрирующего прибора выбирается таким образом, чтобы пик свинца был не менее 15 мм.

Содержание свинца находят методом стандартных добавок. Аликвотную часть стандартного раствора А или Б, в зависимости от содержания свинца, добавляют в полярографируемый раствор, перемешивают раствором азотом 2 мин и далее проводят полярографирование, как при определении содержания свинца в испытуемом растворе.

Величину стандартной добавки выбирают таким образом, чтобы высота пика свинца после введения стандартной добавки увеличилась в 2—3 раза.

Одновременно с определением свинца в сплаве проводят контрольный опыт со всеми реактивами.

4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(h_1 - h_0) \cdot C \cdot V}{(h_2 - h_1) \cdot m} \cdot 100,$$

где h_0 — высота пика свинца в контрольном опыте, мм;

h_1 — высота пика свинца для испытуемого раствора, мм;

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

C — концентрация стандартного раствора свинца, г/мл;

V — объем стандартной добавки, мл;

m — масса навески, соответствующая аликвоте, взятой на полярографирование, г.

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

$$Y = 0,001 + 0,1X,$$

где X — массовая доля свинца в сплаве, %.

Изменение № 1 ГОСТ 23859.7—79 Бронзы жаропрочные. Метод определения свинца

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.06.85 № 1801 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: л на дм^3 , мл на см^3 .

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «в жаропрочных медных сплавах по ГОСТ 24758—81».

Пункт 1 изложить в новой редакции: «1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—81. За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений».

Пункт 2. Шестой абзац изложить в новой редакции: «Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:50»;

восьмой, девятый абзацы изложить в новой редакции: «Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор 10 г/ дм^3 в соляной кислоте, разбавленной 5:100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 5:100»;
заменить ссылки: ГОСТ 6552—58 на ГОСТ 6552—80, ГОСТ 9298—74 на ГОСТ 4658—73.

Пункт 3.3. Второй абзац. Заменить слова: «2%-ный» на «разбавленным 1:50».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов анализа не должны превышать 0,001 %».

(ИУС № 9 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 23859.7—79 Бронзы жаропрочные. Метод определения свинца

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 724

Дата введения 01.10.90

По всему тексту стандарта заменить единицу: **M** на моль/дм³.

Вводная часть. Заменить значение: 0,006 на 0,05.

Первый абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 24758—81.

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнением по ГОСТ 23859.1—79, разд. 1».

Раздел 2. Заменить ссылку: ГОСТ 6552—58 на ГОСТ 6552—80.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), вычисленных по формуле

$$d=0,001+0,1X,$$

где X — массовая доля свинца в сплаве, %.

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, вычисленных по формуле

$$D=0,0014+0,14X,$$

где X — массовая доля свинца в сплаве, %.

4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086—87».

(ИУС № 7 1990 г.)