

УДК 669.15.27—198:546.815.06:006.354

Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОВОЛЬФРАМ

Метод определения свинца

Ferrotungsten.
Method for determination of lead content

ГОСТ

14638.11—84

[СТ СЭВ 4083—83]

Взамен
ГОСТ 14638.11—69

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 мая 1984 г. № 1699 срок действия установлен

с 01.07.85
до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения в ферровольфраме массовой доли свинца в диапазоне от 0,001 до 0,05%.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



256-1-84
4

Метод основан на полярографировании свинца на фоне хлорной и фосфорной кислот при потенциале пика минус 0,51 В относительно ртутного анода. Режим полярографирования — переменноточковый или осциллографический.

От мешающих определению элементов свинец предварительно отделяют тиацетамидом в присутствии коллектора — меди и аммиака — в присутствии железа.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4083—83.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф переменного тока или осциллографический со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота хлорная плотностью 1,51 или 1,67 г/см³.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 50%-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 25%-ный раствор; готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

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

Кислота лимонная моногидрат и безводная по ГОСТ 3652—69, 50%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:2, 1:100, 1:200.

Медь (II) азотнокислая, 1%-ный раствор.

Тиацетамид, 2%-ный раствор.

Смесь кислот соляной и азотной в соотношении 3:1; готовят перед применением.

Железо (III) азотнокислое по ГОСТ 4111—74, 0,1%-ный раствор: 0,1 г азотнокислого железа помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 50 см³ воды, приливают 5 см³ азотной кислоты, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80 с молярной концентрацией 1 моль/дм³.

Свинец металлический по ГОСТ 3778—77.

Стандартные растворы свинца.

Раствор А: 0,1 г металлического свинца помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 10—15 см³ азотной кислоты. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация свинца в растворе А равна 0,0001 г/см³.

Раствор Б: 20 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, приливают 1 см³ азотной кислоты, доводят объем до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация свинца в растворе Б равна 0,00001 г/см³.

Баллон с аргонem, азотом или водородом, не содержащими кислород.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Массу навески ферровольфрама устанавливают в зависимости от массовой доли свинца в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля свинца, %	Масса навески пробы, г
От 0,001 до 0,005 включ.	1,0
Св. 0,005 > 0,05 *	0,5

Навеску помещают в платиновую чашку, смачивают водой, приливают 5 см³ азотной кислоты, 5 см³ раствора фтористоводородной кислоты, 10 см³ хлорной кислоты и растворяют при нагревании. Раствор выпаривают до появления паров хлорной кислоты, приливают 20 см³ воды, нагревают и переводят раствор с осадком в коническую колбу вместимостью 500 см³ или стакан вместимостью 400 см³, обмывая стенки чашки водой. Оставшийся небольшой осадок вольфрамовой кислоты растворяют несколькими каплями раствора гидроокиси натрия или аммиака и смывают водой до объема 100 см³. Затем приливают 15 см³ раствора винной или лимонной кислоты и раствор гидроокиси натрия или аммиака до растворения осадка. Раствор охлаждают, приливают соляную кислоту (1:1) до изменения красного цвета индикаторной бумаги конго в синий, 20 см³ раствора винной или лимонной кислоты, 2 см³ раствора азотнокислой меди и нейтрализуют аммиаком до рН 7,5—8,0 (по универсальной индикаторной бумаге). Затем приливают 10 см³ раствора тиацетамида и выдерживают раствор 10—15 мин при температуре 80—90° С. Затем приливают еще 10 см³ раствора тиацетамида и оставляют раствор с осадком на 2 ч при температуре 40—50° С.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 8—9 раз холодным раствором аммиака 1:200. Осадок на

фильтре растворяют в 15 см³ (порциями по 5 см³) горячей смеси кислот и промывают фильтр 3—4 раза горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в колбу, в которой проводилось осаждение.

Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 10 см³ азотной кислоты и нагревают содержимое колбы до растворения солей, затем приливают 150 см³ воды, 20 см³ раствора азотнокислого железа и аммиак до появления запаха и 10 см³ в избыток.

Раствор с осадком нагревают до кипения и отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности, после чего промывают 8—10 раз горячим раствором аммиака 1:100.

Осадок на фильтре растворяют 10 см³ горячей соляной кислоты (1:2), собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают 5—7 раз горячей водой, собирая промывные воды в тот же стакан, приливают 2 см³ хлорной кислоты и выпаривают раствор до появления паров хлорной кислоты. Стакан охлаждают и раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³ раствором фосфорной кислоты, доливают до метки тем же раствором фосфорной кислоты и перемешивают.

Для удаления кислорода через раствор продувают аргон, водород или азот в течение 5 мин и полярографируют свинец при потенциале пика минус 0,51 В относительно ртутного анода.

3.2. Массовую долю свинца в испытуемом растворе определяют методом сравнения со стандартным раствором или методом градуировочного графика, или методом добавок.

3.2.1. При применении метода сравнения в зависимости от массовой доли свинца определяют объем стандартного раствора свинца по табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля свинца, %	Объем стандартного раствора В, см ³	Масса свинца в стандартном растворе В, г
От 0,001 до 0,005 включ.	1	0,00001
	2	0,00002
	5	0,00005
Св. 0,005 до 0,05 включ.	2	0,00002
	5	0,00005
	10	0,00010
	25	0,00025

Отобранный объем стандартного раствора В помешают в коническую колбу или стакан, приливают 100 см³ воды, 2 см³ раствора азотнокислой меди и нейтрализуют раствором аммиака (1:2) до рН 7,5—8,0 (по универсальной индикаторной бумаге), затем приливают 10 см³ раствора тиацетамида. Далее анализ ведут по п. 3.1.

3.2.2. При применении метода градуировочного графика в зависимости от массовой доли свинца определяют объемы стандартного раствора свинца по табл. 2.

Отобранные объемы стандартного раствора помещают в конические колбы или стаканы, приливают по 100 см³ воды, по 2 см³ раствора азотной кислоты меди и нейтрализуют раствором аммиака (1 : 2) до pH 7,5—8,0 (по универсальной индикаторной бумаге), затем приливают по 10 см³ раствора тиацетамида. Далее анализ ведут по п. 3.1.

3.2.3. При применении метода добавок к навеске пробы добавляют такое количество стандартного раствора свинца, при котором масса добавки свинца составляла не менее половины массы свинца в анализируемой пробе. Далее анализ ведут по п. 3.1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю свинца в процентах вычисляют по формулам:

для метода сравнения X

$$X = \frac{m_1 \cdot h}{m \cdot h_1} \cdot 100,$$

где m_1 — масса свинца в стандартном растворе, взятая для полярографирования, г;

h — высота пика, полученная при полярографировании раствора пробы, мм;

h_1 — высота пика, полученная при полярографировании стандартного раствора, мм;

m — масса навески пробы, г;

для градуировочного графика X_1

$$X_1 = \frac{m_2}{m} \cdot 100,$$

где m_2 — масса свинца в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, г;

для метода добавок X_2

$$X_2 = \frac{h \cdot m_3}{(h_2 - h) \cdot m} \cdot 100,$$

где m_3 — масса свинца, добавленная к раствору пробы, г;

m — масса навески пробы, г;

h — высота пика, полученная при полярографировании раствора пробы без добавки стандартного раствора свинца, мм;

h_2 — высота пика, полученная при полярографировании раствора пробы с добавкой стандартного раствора свинца, мм.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля свинца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,0025 включ.	0,001
Св. 0,0025 > 0,005 >	0,002
> 0,005 > 0,01 >	0,003
> 0,01 > 0,02 >	0,005
> 0,02 > 0,05 >	0,007

Изменение № 1 ГОСТ 14638.11—84 Ферровольфрам. Метод определения свинца
Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.10.89 № 3261

Дата введения 01.07.90

Раздел 1. Заменить ссылки: ГОСТ 13020.0—75 на ГОСТ 27349—87, ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86.

Раздел 2. Заменить слова: «50 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 50 %» (2 раза); «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %»; «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1 %»; «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 2 %»; «0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,1 %».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли свинца приведены в табл. 3.

(Продолжение см. с. 70)

(Продолжение изменения к ГОСТ 14638.11—84)

Таблица 3

Массовая доля свинца, %	Погрешность результата анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения
От 0,001 до 0,002 включ.	0,001	0,001	0,001	0,001	0,0005
Св. 0,002 » 0,005 »	0,002	0,002	0,002	0,002	0,001
» 0,005 » 0,01 »	0,002	0,003	0,002	0,003	0,002
» 0,01 » 0,02 »	0,004	0,005	0,004	0,005	0,003
» 0,02 » 0,05 »	0,006	0,007	0,006	0,007	0,004

(ИУС № 2 1990 г.)