



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР**

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ  
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА, КАДМИЯ, СВИНЦА,  
ВИСМУТА И ОЛОВА**

**ГОСТ 6689.16—92**

**Издание официальное**

**14 р. 50 к. БЗ 5—92/641**

**ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва**

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И  
МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ**Методы определения цинка, кадмия, свинца,  
висмута и оловаNickel, nickel and copper-nickel alloys.  
Methods for the determination of zinc, cadmium,  
lead, bismuth and tin**ГОСТ  
6689.16—92**

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает полярографические и вольтамперометрические методы определения цинка (при массовой доле цинка от 0,0005 до 0,6 %), кадмия (при массовой доле кадмия от 0,0001 до 0,003 %), свинца (при массовой доле свинца от 0,0002 до 0,02 %), висмута (при массовой доле висмута от 0,0001 до 0,005 %) и олова (при массовой доле олова от 0,0001 до 0,003 %) в никеле, никелевых и медно-никелевых сплавах, по ГОСТ 492 и ГОСТ 19241.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением разд. 1 ГОСТ 6689.1.

**2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
КАДМИЯ, ЦИНКА, СВИНЦА И ВИСМУТА****2.1. Сущность метода**

Метод основан на предварительном отделении кадмия, цинка, свинца и висмута от основных компонентов сплавов методом ионообменной хроматографии и последующем их полярографическом определении. При массовой доле примесей менее 0,0005 % определение проводят методом инверсионной вольтамперометрии, а при массовой доле более 0,0005 % используют метод осциллографической или переменноточковой полярографии.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колонки хроматографические, выполненные из стекла, высотой 600 мм и диаметром 15 мм (см. чертеж).

Поляррограф переменного тока ППТ-1 или осциллографический поляррограф ПО-5122. Допускается применение поляррографов других марок.

Ячейка поляррографическая, вместимостью 30—40 см<sup>3</sup>, выполненная из стекла с выносным электродом сравнения (насыщенный каломельный электрод) и с ртутным пленочным электродом или ртутным капаящим электродом. При наличии поляррографа ППТ-1 ртутный пленочный электрод может быть заменен стационарным ртутным капельным электродом, прилагаемым к прибору.

Электрод ртутный пленочный: приготовление см. ГОСТ 6689.12.

Смола ионообменная АВ-17 или АН-31 по НТД.

Вата стеклянная.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1, раствор 2 моль/дм<sup>3</sup> и 3 %-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 14262 и раствор 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, 40 %-ный раствор.

Вода бидистиллированная.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор.

Калия гидроксид, раствор 50 и 100 г/дм<sup>3</sup>.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, щелочной раствор 100 г/дм<sup>3</sup>

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

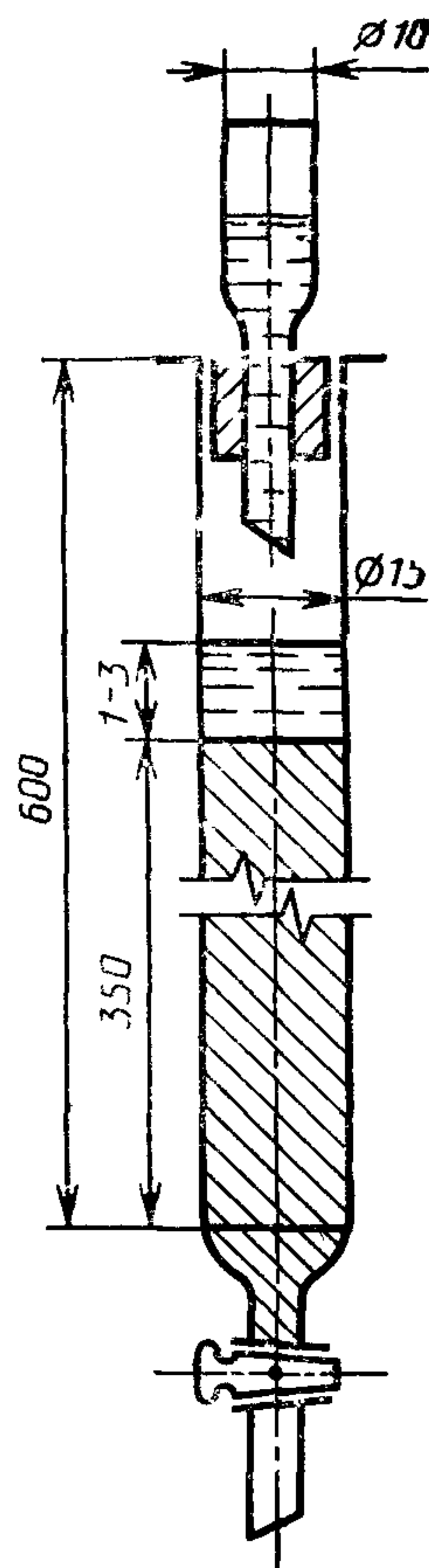
Ртуть марки РО по ГОСТ 4658, не содержащая влаги и очищенная от окисных пленок (см. ГОСТ 6689.1).

Калий хлористый ос. ч., раствор 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Цинк марки ЦО по ГОСТ 3640.

Стандартные растворы цинка

Раствор А: 0,1 г цинка растворяют в стакане вместимостью 200 см<sup>3</sup> при нагревании в 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), перено-



сят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

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

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А выпаривают почти досуха, растворяют остаток в 20 см<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> раствора хлористого калия при слабом нагревании, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки раствором 1 моль/дм<sup>3</sup> хлористого калия; готовят непосредственно перед измерениями.

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

Свинец марки СО по ГОСТ 3778.

Стандартные растворы свинца

Раствор А: 0,1 г свинца растворяют в 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), удаляют кипячением окислы азота, охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

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

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и доливают до метки водой. Раствор Б готовят непосредственно перед измерениями.

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

Кадмий марки Кд0 по ГОСТ 1467.

Стандартные растворы кадмия

Раствор А: 0,1 г кадмия растворяют в стакане вместимостью 200 см<sup>3</sup> при нагревании в 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), удаляют кипячением окислы азота, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

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

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

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

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

1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 0,000001 г кадмия.

Растворы Б и В готовят непосредственно перед измерениями.

Висмут марки Ви0 по ГОСТ 10928.

Стандартные растворы висмута

Раствор А: 0,1 г висмута растворяют в стакане вместимостью 100 см<sup>3</sup> при нагревании в 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.



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

Раствор Б: 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 и доливают до метки водой.

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

Раствор В: 10 см<sup>3</sup> раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, доливают до метки водой.

1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 0,000001 г висмута.

Растворы Б и В готовят непосредственно перед измерениями.

### 2.2.1. Подготовка хроматографических колонок к работе

50 г анионита АВ-17 или АН-31 (мелкая фракция) помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup> и заливают 400 см<sup>3</sup> раствора хлористого калия. Смолу выдерживают в растворе 20—24 ч при комнатной температуре. Сливают раствор и промывают смолу декантацией 3 %-ным раствором соляной кислоты до полного удаления железа (отсутствие реакции с роданистым калием). Смолу последовательно промывают 50 г/дм<sup>3</sup>, а затем 100 г/дм<sup>3</sup> растворами гидроокиси калия до полного удаления хлорид-ионов (отсутствие реакции с нитратом серебра). Промывают смолу дистиллированной водой до слабощелочной реакции промывной жидкости и затем обрабатывают смолу тремя порциями 2 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты до 100 см<sup>3</sup> каждая.

В нижнюю часть ионообменной колонки помещают тампон из стеклянной ваты, заполняют колонку слоем смолы высотой 30—32 см, при этом тщательно следят, чтобы пузырьки воздуха не задерживались между зернами смолы.

После заполнения колонок через смолу пропускают 50 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты.

Перед проведением анализа слой раствора соляной кислоты над смолой должен быть 1—2 см. В процессе работы и хранения смола в колонках должна оставаться под слоем жидкости не менее 2 см.

По окончании хроматографического разделения компонентов сплава и их элюирования смолу регенерируют промыванием водой до слабокислой реакции рН 3 (по универсальной индикаторной бумаге), а затем пропусканием 50 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты.

## 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава 2 г при массовой доле цинка менее 0,02 % и 0,2 г при массовой доле цинка свыше 0,02 % растворяют при нагревании в стакане вместимостью 200 см<sup>3</sup>, накрытым часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой, в 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). После удаления окислов азота кипячением стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, ра-

створ выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 10 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Обработку сухого остатка концентрированной соляной кислотой повторяют три раза, после чего сухой остаток растворяют в 40 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и пропускают раствор через колонку с ионообменной смолой со скоростью не более 3 см<sup>3</sup>/мин. Скорость пропускания раствора регулируют краном или зажимом в нижней части колонки. После пропускания пробы ополаскивают стакан двумя порциями по 20 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, которые также пропускают через колонку. Промывают колонку 2 моль/дм<sup>3</sup> раствором соляной кислоты до полного удаления никеля (проба с щелочным раствором диметилглиоксима) и десорбируют кадмий, цинк и свинец 200 см<sup>3</sup> воды со скоростью не более 2 см<sup>3</sup>/мин в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>. Затем десорбируют висмут 250 см<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> раствора серной кислоты в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>.

Раствор после десорбции цинка, кадмия и свинца выпаривают досуха, а раствор после десорбции висмута до объема 20—25 см<sup>3</sup>.

Растворяют сухой остаток в 10—15 см<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> раствора хлористого калия при слабом нагревании, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и доливают до метки 1 моль/дм<sup>3</sup> раствором хлористого калия.

Раствор, содержащий висмут, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой. Одновременно проводят контрольный опыт через весь ход анализа.

Таблица 1

Массовая доля цинка, %	Аликвотная часть раствора, взятая на полярографирование, см <sup>3</sup>
От 0,0005 до 0,02 включ	25
Св. 0,02 » 0,06 »	15
» 0,06 » 0,2 »	10
» 0,2 » 0,6 »	3

### 2.3.2. Для сплавов, содержащих вольфрам

Навеску сплава массой 2 г растворяют при нагревании в стакане вместимостью 300 см<sup>3</sup>, накрытом часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой, в 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). После удаления окислов азота кипячением стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, упаривают раствор до сиропообразного состояния и разбавляют водой до 70—80 см<sup>3</sup>.

Раствор нагревают до 70—80 °С и фильтруют через плотный фильтр. Остаток на фильтре промывают 3—4 порциями по 50 см<sup>3</sup> горячего 2 %-ного раствора азотной кислоты. Осадок выбрасывают. Раствор выпаривают досуха, растворяют остаток в 10 см<sup>3</sup>



концентрированной соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

### 2.3.3. Для сплавов, содержащих кремний, хром и титан

Навеску сплава массой 2 г помещают в платиновую чашку и растворяют в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты при нагревании. Охлаждают раствор, добавляют 5 см<sup>3</sup> серной кислоты и упаривают до появления дыма серной кислоты. Соли растворяют в воде, переводят раствор в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, выпаривают досуха, растворяют сухой остаток в 10 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

### 2.3.4. Определение свинца и кадмия методом инверсионной вольтамперометрии

10 см<sup>3</sup> раствора, содержащего цинк, свинец и кадмий после десорбции, переносят в полярографическую ячейку со стационарным ртутным электродом и деаэрируют раствор током азота в течение 4—6 мин. Устанавливают на полярографе напряжение минус 1,0 В и проводят электролиз при перемешивании раствора в течение 1 мин (при массовой доле свинца и кадмия свыше 0,0003 %) и 3 мин (при массовой доле кадмия и свинца менее 0,0003 %). По окончании электролиза прекращают перемешивание, дают раствору успокоиться 15—12 с и фиксируют анодную вольтамперограмму в интервале от минус 1,0 до минус 0,2 В, регистрируя пики электрообразования кадмия при минус 0,6, свинца — при минус 0,45 В.

Чувствительность полярографа выбирают таким образом, чтобы при данном времени электролиза высота регистрируемых пиков была не менее 10 мм.

После регистрации вольтамперограммы электрод выдерживают при потенциале 0,0 В в течение 1 мин в перемешиваемом растворе, после чего повторяют измерение. При работе со стандартным капельным электродом для каждого измерения получают новую каплю ртути.

### 2.3.5. Полярографическое определение кадмия, свинца и цинка при массовой доле цинка менее 0,02 %

Аликвотную часть 25 см<sup>3</sup> раствора, содержащего цинк, кадмий и свинец, переносят в полярографическую ячейку с ртутным капающим электродом и деаэрируют током азота в течение 4—6 мин. Прекращают перемешивание и фиксируют полярограмму в интервале от минус 0,2 до минус 1,3 В, регистрируя волны (пики) восстановления свинца — при минус 0,4 В, кадмия — минус 0,65 В и цинка — минус 1,0 В.

Чувствительность полярографа выбирают таким образом, чтобы высота волн (пиков) восстановления металлов была не менее

10 мм. При работе с полярографом ПО-5132 измерения проводят при скорости 0,5—1 В/с в режиме «диф. 2».

*2.3.6. Полярографическое определение цинка при массовой доле цинка свыше 0,02 %.*

Аликвотную часть раствора (см. табл. 1), полученную после десорбции цинка, переносят в полярографическую ячейку. При массовой доле цинка свыше 0,02 % в ячейку предварительно заливают 10—15 см<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> раствора хлористого калия.

Определение ведут, как указано в п. 2.3.5, без регистрации волн (пиков) восстановления кадмия и свинца.

*2.3.7. Определение висмута методом инверсионной вольтамперометрии.*

Аликвотную часть (25 см<sup>3</sup>) сернокислого раствора, полученного после десорбции висмута, помещают в полярографическую ячейку со стационарным ртутным электродом, добавляют 2 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и деаэрируют раствор током азота в течение 4—6 мин. Устанавливают на полярографе напряжение минус 0,4 В и проводят электролиз в течение 1 мин при перемешивании раствора. По окончании электролиза прекращают перемешивание и дают раствору успокоиться 15—20 с, после чего фиксируют анодную вольтамперограмму в интервале от минус 0,4 до плюс 0,1 В, регистрируя анодный пик висмута при минус 0,07 В.

Чувствительность полярографа выбирают таким образом, чтобы высота пика висмута была не менее 10 мм.

Электрод выдерживают при напряжении плюс 0,1 В в течение 1 мин в перемешиваемом растворе, после чего повторяют измерение. При работе со стационарным капельным электродом после каждого измерения получают новую ртутную каплю.

*2.3.8. Полярографическое определение висмута*

25 см<sup>3</sup> сернокислого раствора, полученного после десорбции висмута, переносят в полярографическую ячейку с ртутным капающим электродом, добавляют 2 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и деаэрируют током азота в течение 4—6 мин. Прекращают перемешивание и фиксируют полярограмму от 0,0 до минус 0,4 В, регистрируя волну (пик) восстановлением висмута при минус 0,12 В.

Чувствительность полярографа выбирают таким образом, чтобы высота волны (пика) висмута была не менее 10 мм.

При работе с полярографом ПО-5122 определение проводят в режиме «диф. 2» при скорости 0,25 В/с.

**2.4. Определение кадмия, свинца, цинка и висмута методом добавок**

При определении кадмия и свинца методом инверсионной вольтамперометрии 0,1—0,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б или В каждого из металлов добавляют в полярографическую ячейку с



анализируемым раствором. Раствор перемешивают током азота 1—2 мин и далее проводят измерение, как указано в п. 2.3.4.

При определении висмута методом инверсионной вольтамперометрии 0,1—0,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б или В висмута добавляют в полярографическую ячейку с анализируемым раствором. Раствор перемешивают 1—2 мин током азота и далее проводят измерение, как указано в п. 2.3.7.

При полярографическом определении цинка, кадмия и свинца 0,1—0,5 см<sup>3</sup> стандартных растворов А указанных металлов добавляют в полярографическую ячейку с анализируемым раствором. Раствор перемешивают 1—2 мин током азота и далее проводят измерение, как указано в п. 2.3.5.

При полярографическом определении висмута 0,1—0,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора А висмута добавляют в полярографическую ячейку с анализируемым раствором. Раствор перемешивают 1—2 мин током азота и далее проводят измерение, как указано в п. 2.3.8.

Величину добавки выбирают таким образом, чтобы высота волн (пиков) кадмия, свинца, цинка и висмута увеличивались в 2—3 раза по сравнению с волнами (пиками) соответствующих металлов для анализируемого раствора.

## 2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю цинка, кадмия, свинца и висмута ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $h_1$  — высота волны (пика) цинка, кадмия, свинца и висмута для анализируемого раствора, мм;

$h_x$  — высота волны (пика) свинца, цинка, кадмия и висмута в контрольном опыте, мм;

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

$V$  — объем добавки, см<sup>3</sup>;

$h_2$  — высота волны (пика) цинка, кадмия, свинца и висмута после введения добавки, мм;

$m$  — масса навески сплава, соответствующая аликвотной части анализируемого раствора, взятой на полярографирование, г.

2.5.2. Расхождения результатов трех параллельных определений  $d$  (показатель сходимости) и результатов двух анализов  $D$  (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

2.5.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых спла-

вов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок, в соответствии с ГОСТ 25086.

Таблица 2

Массовая доля цинка, кадмия, свинца, висмута и олова, %	Допускаемые расхождения, %	
	<i>d</i>	<i>D</i>
От 0,0001 до 0,005 включ	0,00008	0,0001
Св. 0,005 » 0,001 »	0,0002	0,0003
» 0,001 » 0,003 »	0,0003	0,0004
» 0,003 » 0,006 »	0,0006	0,0008
» 0,003 » 0,010 »	0,001	0,001
» 0,01 » 0,03 »	0,002	0,003
» 0,03 » 0,06 »	0,005	0,007
» 0,06 » 0,10 »	0,01	0,01
» 0,10 » 0,30 »	0,02	0,03
» 0,30 » 0,60 »	0,05	0,07

### 3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА, ВИСМУТА И ОЛОВА

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на предварительном отделении свинца, висмута и олова от основных компонентов сплава соосаждением с гидроксидом железа в аммиачном растворе и последующем полярографическом определении свинца и висмута на фоне 1 моль/дм<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, содержащего 200 г/дм<sup>3</sup> лимонной кислоты или на фоне 1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты с хинолином, а также свинца и олова на фоне 0,5 моль/дм<sup>3</sup> щавелевой кислоты в присутствии метиленового голубого.

При массовой доле свинца, олова и висмута менее 0,0005 % их определение проводят методом инверсионной вольтамперометрии с ртутным стационарным электродом. При массовой доле свинца, олова и висмута свыше 0,0005 % их определяют полярографически с ртутным капающим электродом.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного тока ППТ-1 или осциллографический полярограф ПО-5122.

Ячейка полярографическая вместимостью 30—40 см<sup>3</sup>, выполненная из стекла, с выносным электродом сравнения (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капающим или ртутным стационарным электродом.

Электрод ртутный пленочный (см. ГОСТ 6689.15). При наличии полярографа ППТ-1 пленочный электрод может быть заменен

стационарным капельным ртутным электродом, прилагаемым к прибору.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

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

Смесь кислот для растворения: концентрированных азотной и соляной кислот в соотношении 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, 40 %-ный раствор.

Кислота аскорбиновая по нормативно-технической документации, раствор 5 г/дм<sup>3</sup>.

Водорода перекись по ГОСТ 177, 30 %-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, 1 %-ный раствор.

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

Хинолин по ТУ 6—09—4325—76.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Фоновый электролит, содержащий 1 моль/дм<sup>3</sup> хлористого аммония и 200 г/дм<sup>3</sup> лимонной кислоты.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, раствор 0,5 моль/дм<sup>3</sup>.

Метиленовый голубой, раствор 0,001 моль/дм<sup>3</sup>.

Свинец марки С0 по ГОСТ 3778.

Стандартные растворы свинца (см. п. 2.2).

Висмут марки Ви100 по ГОСТ 10928.

Стандартные растворы висмута (см. п. 2.2).

Олово марки 00 по ГОСТ 860.

Стандартные растворы олова

Раствор А: 0,1 г олова помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 0,75 г хлористого натрия, 15 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и по каплям вводят перекись водорода до полного растворения металла при нагревании. К полученному раствору приливают 20—30 см<sup>3</sup> воды, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и доливают водой до метки.

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

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и доливают до метки водой.

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

Раствор В: 10 см<sup>3</sup> раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, доливают до метки водой.



1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 0,000001 г олова.

Растворы Б и В готовят непосредственно перед измерением.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Ртуть марки Р0 по ГОСТ 4658, не содержащая влаги и очищенная от окисных пленок (см. ГОСТ 6689.1).

### 3.3. Проведение анализа

#### 3.3.1. Для сплавов, не содержащих хром, титан и кремний

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 200—250 см<sup>3</sup>, добавляют 15—20 см<sup>3</sup> смеси кислот для растворения, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения навески ополаскивают стекло или пластинку и стенки стакана водой и разбавляют раствор водой до 130—150 см<sup>3</sup>.

К полученному раствору приливают 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого железа и добавляют раствор аммиаком до образования растворимых аммиачных комплексов никеля и меди и еще 5 см<sup>3</sup> избытка аммиака.

Раствор выдерживают при 60—70 °С в течение 20 мин и фильтруют через фильтр средней плотности. стакан и осадок на фильтре промывают 3—4 порциями по 25—30 см<sup>3</sup> горячего 1 %-ного раствора аммиака. Воронку с фильтром помещают над стаканом, в котором велось осаждение, смывают осадок с фильтра в стакан 30 см<sup>3</sup> горячей воды, промывают фильтр 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) и раствор нагревают до полного растворения осадка. Разбавляют раствор в стакане водой до 130—150 см<sup>3</sup> и повторяют осаждение еще два раза.

3.3.2. При определении свинца и висмута после трехкратного переосаждения осадок с фильтра смывают в стакан 20 см<sup>3</sup> горячей воды, промывают фильтр 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), растворяют осадок в стакане в 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) и выпаривают раствор досуха.

3.3.2.1. Сухой остаток растворяют в 20 см<sup>3</sup> фонового электролита при слабом нагревании, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и доливают до метки фоновым электролитом. Одновременно проводят контрольный опыт через весь ход анализа.

3.3.2.2. Сухой остаток растворяют в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 1,5 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> хинолина и доливают до метки водой. Одновременно проводят контрольный опыт через весь ход анализа.

3.3.3. При определении свинца и олова после трехкратного переосаждения осадок с фильтра смывают в стакан 20 см<sup>3</sup> горячей воды, промывают фильтр 15 см<sup>3</sup> горячего 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствора щавелевой кислоты и растворяют осадок при нагревании. Пе-

реносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и доливают до метки 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствором щавелевой кислоты. Одновременно проводят контрольный опыт через весь ход анализа.

#### 3.3.4. Для сплавов, содержащих хром и кремний

Навеску сплава массой 1 г помещают в платиновую чашку, добавляют 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. Затем раствор охлаждают, добавляют 5 см<sup>3</sup> серной кислоты и упаривают раствор до появления белого дыма серной кислоты. Растворяют полученные соли в воде, переводят раствор в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 130—150 см<sup>3</sup> и далее анализ проводят, как указано в пп. 3.1; 3.3.2 или 3.3.3.

#### 3.4. Определение свинца и висмута методом инверсионной вольтамперометрии

Помещают в полярографическую ячейку со стационарным ртутным электродом 10—15 см<sup>3</sup> фонового электролита, добавляют аликвотную часть (10 см<sup>3</sup>) анализируемого раствора и деаэрируют раствор в ячейке током азота в течение 4—6 мин.

Устанавливают на полярографе напряжение минус 0,8 В и проводят электролиз свинца и висмута при перемешивании раствора. При массовой доле свинца и висмута в сплаве менее 0,0003 % электролиз проводят 3—4 мин, а при более высоких содержаниях — 1 мин. По окончании электролиза прекращают перемешивание, дают раствору успокоиться 15—20 с, после чего фиксируют анодную вольтамперограмму при линейно изменяющемся потенциале электрода от минус 0,8 до 0,0 В, регистрируя пик свинца при минус 0,55 В и пик висмута при минус 0,15 В.

Чувствительность прибора при регистрации вольтамперограммы выбирают таким образом, чтобы высота регистрируемых пиков свинца и висмута была не менее 10 мм.

Подготовку электродов к последующему измерению проводят, как указано в п. 2.3.7. Содержание свинца и висмута находят методом добавок, как указано в п. 2.4, используя стандартные растворы Б или В свинца и висмута.

#### 3.5. Определение свинца и олова методом инверсионной вольтамперометрии

Помещают в полярографическую ячейку 15 см<sup>3</sup> моль/дм<sup>3</sup> раствора щавелевой кислоты, добавляют аликвотную часть (5 см<sup>3</sup>) анализируемого раствора, добавляют 1—2 капли 0,001 моль/дм<sup>3</sup> раствора метиленового голубого и деаэрируют раствор в ячейке в течение 4—6 мин током азота. Устанавливают на полярографе напряжение минус 0,8 В и проводят концентрирование свинца и олова в течение 1—3 мин на стационарном ртутном электроде в непрерывно перемешиваемом растворе. По окончании электролиза прекращают перемешивание, дают раствору успокоиться в тече-

ние 15—20 с, после чего регистрируют анодную поляризационную кривую при линейно изменяющемся потенциале электрода от минус 0,8 до минус 0,2 В, фиксируя пики электрообразования олова при минус 0,65 и свинца — при минус 0,5 В.

Чувствительность прибора выбирают таким образом, чтобы высота регистрируемых пиков была не менее 10 мм.

Подготовку электродов к последующему измерению проводят, как указано в п. 2.3.7.

Содержание свинца и олова находят методом добавок, как указано в п. 2.4, используя стандартные растворы Б и В свинца и олова.

### 3.6. Полярографическое определение свинца и висмута

Аликвотную часть раствора (25 см<sup>3</sup>) по пп. 3.3.2.1 и 3.3.2.2 помещают в полярографическую ячейку с ртутным капающим электродом и деаэрируют раствор током азота в течение 4—6 мин. Снимают катодную поляризационную кривую от минус 0,05 до минус 0,7 В, регистрируя волны (пики) восстановления висмута при минус 0,15 В и свинца — при минус 0,5 В. При работе на полярографе ПО-5122 полярограмму снимают в режиме «диф. 2» и скорость 0,25 В/с. Чувствительность полярографа выбирают таким образом, чтобы высота регистрируемых пиков была не менее 10 мм.

Содержание свинца и висмута находят методом добавок, как указано в п. 2.4, используя стандартные растворы А свинца и висмута.

### 3.7. Полярографическое определение свинца и олова

Аликвотную часть щавелевокислого раствора (25 см<sup>3</sup>) переносят в полярографическую ячейку с ртутным капающим электродом, добавляют 1—2 капли 0,001 моль/дм<sup>3</sup> раствора метиленового голубого и деаэрируют раствор в течение 4—6 мин током азота. Прекращают перемешивание и снимают катодную полярограмму, регистрируя волны (пики) восстановления свинца при минус 0,5 В и олова — при минус 0,65 В.

Чувствительность полярографа выбирают таким образом, чтобы высота регистрируемых пиков была не менее 10 мм.

Содержание свинца и олова находят методом добавок, как указано в п. 2.4, используя стандартные растворы А свинца и олова.

### 3.8. Обработка результатов

3.8.1. Массовую долю свинца, висмута и олова ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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



- где  $h_1$  — высота волны (пика) свинца, висмута или олова при полярографировании анализируемого раствора, мм;  
 $h_x$  — высота волны (пика) свинца, висмута или олова в контрольном опыте, мм;  
 $C$  — концентрация стандартного раствора, г/см<sup>3</sup>;  
 $V$  — объем добавки, см<sup>3</sup>;  
 $h_2$  — высота волны (пики) свинца, висмута или олова после введения в ячейку добавок, мм;  
 $m$  — масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора, взятой на полярографирование, г.

3.8.2. Расхождения результатов трех параллельных определений  $d$  (показатель сходимости) и результатов двух анализов  $D$  (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

3.8.3. Контроль точности результатов анализа проводят, как указано в п. 2.5.3.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Боганова,  
И. А. Воробьева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением  
Комитета по стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92  
№ 167

3. ВЗАМЕН ГОСТ 6689.16—80

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 8 315—91	2 5 3
ГОСТ 177—88	3 2
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 860—75	3 2
ГОСТ 1277—75	2 2
ГОСТ 1467—77	2 2
ГОСТ 3118—77	3 2
ГОСТ 3640—79	2 2
ГОСТ 3652—69	3 2
ГОСТ 3760—79	3 2
ГОСТ 3773—72	3 2
ГОСТ 3778—77	2 2 3 2
ГОСТ 4139—75	2 2
ГОСТ 4147—74	3 2
ГОСТ 4204—77	3 2
ГОСТ 4233—77	2 2
ГОСТ 4451—77	3 2
ГОСТ 4658—73	2 2 3 2
ГОСТ 5828—72	2 2
ГОСТ 6689 1—92	Разд 1, 3 2
ГОСТ 6689 12—92	2 2
ГОСТ 6689 15—92	3 2
ГОСТ 9293—74	2 2, 3 2
ГОСТ 10484—78	2 2, 3 2
ГОСТ 10928—90	2 2, 3 2
ГОСТ 11125—84	2 2
ГОСТ 14261—77	2 2
ГОСТ 14262—78	2 2
ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 22180—76	3 2
ГОСТ 25036—87	Разд 1, 2 5 3
ТУ 6—09—4325—76	3 2

Редактор *И В Виноградская*  
Технический редактор *В Н Прусакова*  
Корректор *Т А Васильева*

Сдано в наб 29 06 92 Подп в печ 12 08 92 Усл печ л 10 Усл кр отт 10 Уч изд л 105  
Тираж 686 экз

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов 123557 Москва ГСП  
Новопресненский пер, 3  
Калужская типография стандартов ул Московская 256 Зак 1525