ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

ГОСТ 6689.22—92

Издание официальное

БЗ 5—92/647

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.245:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

Методы определения олова

Nickel, nickel and copper-nickel alloys. Methods for the determination of tin

ГОСТ 6689.22—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический (при массовой доле олова от 0,0005 до 0,15%), фотометрический (при массовой доле олова от 0,01 до 0,25%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле олова от 0,01 до 0,25%) методы определения олова 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 по ГОСТ 6689.1, разд. 1.

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

2.1 Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности раствора комплексного соединения олова с кверцетином, экстрагируемого *н*-бутиловым спиртом из солянокислого раствора, содержащего тиомочевину для устранения влияния меди и железа.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 : 4 и 1 : 10.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, 30%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм³.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166.

н-бутиловый спирт по ГОСТ 6006.

Кверцетин, раствор 4 г/дм³ в *н*-бутиловом спирте.

Олово марки О1 по ГОСТ 860.

Стандартные растворы олова

Раствор А: 0,1 г олова помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют 1 г хлористого натрия, 100 см³ концентрированной соляной кислоты, 1 см³ перекиси водорода и нагревают при 60—70°С. К концу растворения температуру повышают до 80°С. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки соляной кислотой (1 : 10).

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г олова.

Раствор Б: 25 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки соляной кислотой (1 : 10).

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г олова. Раствор Б готовят в день применения.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 5 г хлористого натрия, 20 см³ концентрированной соляной кислоты и по каплям 7—10 см³ перекиси водорода, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании.

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Масса навески, г
От 0,0005 до 0,001 включ.	2
Св. 0,001 » 0,01 »	1
» 0,01 » 0,15 »	0,1

Стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой и раствор упаривают до объема 2—4 см³. Раствор охлаждают, переводят в делительную воронку вместимостью 100 см³, нейтрализуют по каплям аммиаком до слабощелочной среды по бумаге конго. Добавляют 5 см³ соляной кислоты (1 : 4), 20 см³ раствора тиомочевины и разбавляют водой до 50 см³. Добавляют 25 см³ раствора кверцетина в *н*-бутиловом спирте и энергично встряхивают 5 мин. После разделения фаз нижний водный слой выбрасывают, а органический слой переливают в сухой стакан вместимостью 50 см³, содержащий 0,2 -0,5 г безводного сернокислого натрия, и, спустя 5 мин, измеряют оптическую плотность раствора в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см на фото-

электроколориметре с синим или фиолетовым светофильтром или на спектрофотометре при 440 нм. Раствором сравнения служит раствор кверцетина в *н*-бутиловом спирте.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В делительные воронки вместимостью по 100 см³ вводят 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0; 15,0 см³ стандартного раствора Б олова. Растворы нейтрализуют аммиаком до слабощелочной среды по бумаге конго, добавляют 5 см³ соляной кислоты (1 : 4) и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса олова, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, г.

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

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,0005 до 0,001 включ.	0,0003	0,0004
Св 0,001 » 0,003 »	0,0005	0,0007
» 0,003 » 0,005 »	0,001	0,001
» 0,005 » 0,01 »	0,002	0,003
» 0,01 » 0,03 »	0,003	0,004
» 0,03 » 0,06 »	0,006	0,008
» 0,06 » 0,12 »	0,012	0,017
» 0,12 » 0,25 »	0,02	0,03

2.4.3. 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 сплавов, утвержденных по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов фотометрическим, атомно-абсорбционным или полярографическим (ГОСТ 6689.16) методами, в соответствии с ГОСТ 25086.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения олова с фенилфлуороном в присутствии аскорбиновой и лимонной кислот, маскирующих железо и сурьму, соответственно, после предварительного отделения олова соосаждением с двуокисью марганца.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и раствор 2 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1 и 1:4 и раствор 2,5 моль/дм^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота аскорбиновая по нормативно-технической документации, раствор 20 г/дм^3, свежеприготовленный.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 200 г/дм^3, свежеприготовленный.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Марганец азотнокислый по ГОСТ 6203, раствор 50 г/дм^3.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/дм^3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Ацетон по ГОСТ 2768.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 10 г/дм^3, свежеприготовленный.

Фенилфлуорон, спиртовый раствор 0,5 г/дм^3; 0,05 г фенилфлуорона растворяют при нагревании в 50 см^3 этилового спирта с добавлением 1 см^3 серной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки этиловым спиртом и сохраняют в темном месте.

Олово по ГОСТ 860 с массовой долей олова не менее 99,9%.

Стандартные растворы олова

Раствор А: 0,1 г олова растворяют в 10 см^3 концентрированной серной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки 2,5 моль/дм^3 раствором серной кислоты и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г олова.

Раствор Б: 25 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки 2,5 моль/дм^3 раствором серной кислоты и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г олова.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Для сплавов с массовой долей кремния до 0,05%*

Таблица 3

Массовая доля олова, %	Масса навески, г	Объем раствора пробы, см³	Объем аликвотной части раствора, см³	Объем 2,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, см³
От 0,01 до 0,06 включ.	1	100	10	0,5
Св. 0,06 » 0,12 »	1	100	5	1,5
» 0,12 » 0,25 »	0,5	250	10	0,5

Навеску сплава (см. табл. 3) помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1) при нагревании. Окислы азота удаляют кипячением, раствор разбавляют водой до объема 50 см³. Добавляют 5 см³ раствора азотнокислого марганца (при массовой доле марганца в сплаве более 2% раствор азотнокислого марганца добавлять не следует), раствор нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроокиси меди, добавляют 24 см³ азотной кислоты (1 : 1) и воды до объема 90 см³. Раствор нагревают до кипения, добавляют 10 см³ раствора марганцовокислого калия и кипятят в течение 2 мин. Через 30 мин осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают стакан и осадок 8—10 раз горячим 1 моль/дм³ раствором азотной кислоты до исчезновения синей окраски образовавшейся азотнокислой меди. Осадок с развернутого фильтра смывают водой в стакан, в котором проводили осаждение. Фильтр промывают 10 см³ горячего раствора серной кислоты (1 : 4), содержащего несколько капель раствора перекиси водорода, а затем водой.

Промытый фильтр отбрасывают, фильтрат выпаривают до выделения белого дыма серной кислоты. К охлажденному остатку добавляют при массовой доле олова от 0,01% до 0,12% — 20 см³, а при массовой доле олова свыше 0,12% — 50 см³ 2,5 моль/дм³ раствора серной кислоты и раствор переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 3), доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора (см. табл. 3) помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, добавляют указанный объем 2,5 моль/дм³ раствора серной кислоты (см. табл. 3) и поочередно, перемешивая после добавки каждого реактива, добавляют 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 5 см³ раствора лимонной кислоты, 1 см³ раствора желатина, 3 см³ ацетона, 2 см³ раствора фенилфлуорона, доливают водой до метки и перемешивают. По истечении 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с желто-зеленым светофильтром или на спектрофотометре при 510 нм в кювете с толщиной

поглощающего свет слоя 1 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.3.2. *Для сплавов с массовой долей кремния свыше 0,05%*

Навеску сплава (см табл. 3) помещают в платиновую чашку и растворяют в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1) и 2—3 см³ фтористоводородной кислоты при нагревании.

После растворения добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки чашки ополаскивают 20 см³ воды, нагревают раствор; переносят в стакан вместимостью 250 см³, доливают водой до объема 50 см³, добавляют 5 см³ раствора азотнокислого марганца и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

3.3.1. *Построение градуировочного графика*

В семь из восьми стаканов вместимостью по 50 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 7,0 см³ стандартного раствора Б олова, растворы выпаривают досуха и охлаждают. Во все стаканы добавляют по 2,5 см³ 2,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, нагревают раствор, добавляют по 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, охлаждают и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий олова. По полученным данным строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса олова, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. 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.

3.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят, как указано в п. 2.4.3.

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами олова, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя

ацетилен — воздух или ацетилен — закись азота после предварительного отделения олова соосаждением с двуокисью марганца.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для олова.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1 и раствор 1,5 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1 моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1, 1 : 4 и раствор 2,5 моль/дм³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Марганец азотнокислый по ГОСТ 6203, раствор 20 г/дм³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/дм³.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Олово по ГОСТ 850 с массовой долей олова не менее 99,9 %.

Стандартный раствор олова: 0,25 г олова растворяют при нагревании в 20 см³ концентрированной серной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают до метки 2,5 моль/дм³ раствором серной кислоты и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0005 г олова.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. *Для сплавов с массовой долей кремния до 0,05%*

Навеску сплава (см. табл. 4) помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в азотной кислоте (1 : 1), объем которой берут в соответствии с указанием в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля олова, %	Масса навески, г	Объем раствора азотной кислоты (1 : 1), см³
От 0,01 до 0,10 включ.	2	20
Св. 0,10 » 0,25 »	1	10

Окислы азота удаляют кипячением и раствор разбавляют водой до объема 50 см³. Добавляют 5 см³ азотнокислого марганца, раствор нейтрализуют аммиаком до появления гидроокиси меди, добавляют 18 см³ азотной кислоты (1 : 1) и воды до объема 90 см³. Раствор нагревают до кипения, добавляют 10 см³ раствора марганцовокислого калия и кипятят в течение 2 мин. Через 30 мин осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают стакан и осадок 4—5 раз горячим 1,5 моль/дм³ раствором

азотной кислоты. Осадок с развернутого фильтра смывают водой в стакан, в котором проводили осаждение, фильтр промывают 10 см³ горячего раствора серной кислоты (1 : 4), содержащего несколько капель раствора перекиси водорода, а затем водой. Промытый фильтр отбрасывают, а раствор выпаривают до влажных солей. После охлаждения добавляют 8 см³ 1 моль/дм³ раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки 1 моль/дм³ раствором соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию олова в пламени ацетилен — воздух или ацетилен — закись азота при длине волны 224,6 или 286,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

4.3.2. *Для сплавов с массовой долей кремния свыше 0,05%*

Навеску сплава (см. табл. 4) помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в азотной кислоте (1 : 1), объем которой берут в соответствии с указанным в табл. 4, и 2 см³ фтористоводородной кислоты.

После растворения добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки чашки ополаскивают 20 см³ воды, нагревают раствор, переносят в стакан вместимостью 250 см³, доливают водой до объема 50 см³, добавляют 5 см³ раствора азотнокислого марганца и далее анализ проводят, как указано в п. 4.3.1.

4.3.3. *Построение градуировочного графика*

В семь из восьми стаканов вместимостью по 250 см³ помещают 0,4; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ стандартного раствора олова. Во все стаканы добавляют воду до объема 50 см³, добавляют по 5 см³ раствора азотнокислого марганца и далее анализ проводят, как указано в п. 4.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

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

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

где C — концентрация олова, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем конечного раствора, см³;

m — масса навески сплава, г.

4.4.2. 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.

4.4.3. 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 сплавов, утвержденных по ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сопоставлением результатов, полученных фотометрическими методами, в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством металлургии СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

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

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

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 6689.22—80

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ:**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—91	2.4.3; 4.4.3
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 860—75	2.2; 3.2, 4.2
ГОСТ 2768—84	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 3652—69	3.2
ГОСТ 3760—79	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 4166—76	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 4233—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 6006—78	2.2
ГОСТ 6344—73	2.2
ГОСТ 6552—80	2.2
ГОСТ 6689.1—92	Разд. 1
ГОСТ 6689.16—92	2.4.3
ГОСТ 10484—78	3.2; 4.2
ГОСТ 10929—76	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 11293—78	3.2
ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 20490—75	3.2; 4.2
ГОСТ 25086—87	Разд. 1, 2.4.3; 4.4.3

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *А. С. Черноусова*

Сдано в наб. 30.06.92 Подп. в печ. 19.08.92. Усл. п. л. 0,75. Усл. кр.-отт. 078. Уч.-изд. л. 0,64. **Тир.** 677 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1328

gost.e-ecolog.ru