МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОТИТАН

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15'295—198:546.811.06:006:354 Группа В19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОТИТАН

Методы определения олова

Ferrotitanium.
Methods for determination of tin

ГОСТ 14250.10—80*

Взамен ГОСТ 14250.10—71

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17 марта 1980 г. № 1172 дата введения установлена

с 01.07.80

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения олова (при массовой доле олова от 0,01 до 0,20 %) в ферротитане.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4527—84.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473—90.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—86.

1а. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

1а.1. Сущность метода

Метод основан на реакции образования окрашенного комплексного соединения четырехвалентного олова с паранитрофенилфлуороном или фенилфлуороном в сернокислой среде.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 530 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания 510—560 нм.

Разд. 1а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр со всеми принадлежностями.

Муфельная печь с температурой нагрева (1000±25) °С.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1, 1:3, 1:4, 1:200.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм^3.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

**Переиздание (декабрь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1985 г., ноябре 1990 г. (ИУС 7—85, 1—91)*

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1999

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:4.

Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329—77, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Ртуть (II) азотнокислая (1-водная) по ГОСТ 4520—78, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Тиоацетамид, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³.

Желатин, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Железо металлическое восстановленное.

Титан электролитический.

Бумага конго.

Бумага универсальная.

Спирт ректификованный по ГОСТ 5962—67 или гидролизный высокой очистки.

Метиловый красный.

Олово металлическое.

Паранитрофенилфлуорон, раствор с массовой концентрацией 0,5 г/дм³, или фенилфлуорон, раствор с массовой концентрацией 0,25 г/дм³, готовят следующим образом: 0,125 г паранитрофенилфлуорона, смоченного несколькими каплями раствора соляной кислоты, растирают до кашицеобразного состояния стеклянным пестиком в стакане вместимостью 50 см³, затем растворяют в спирте порциями и переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³. Остаток в стакане растворяют в спирте, приливаемом порциями, при нагревании на водяной бане, присоединяют к раствору в мерной колбе, доливают до метки спиртом и перемешивают;

или 0,063 г фенилфлуорона растворяют в 100 см³ спирта, добавляют 2,5 см³ раствора серной кислоты 1:1, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки спиртом и перемешивают.

Раствор хранят в темной посуде, перед применением фильтруют через фильтр средней плотности. Раствор применяется через 12 ч.

Олово металлическое, стандартные растворы олова.

Раствор А: 0,2500 г олова помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ раствора серной кислоты 1:1, 5 см³ азотной кислоты и растворяют при нагревании. Затем раствор нагревают до паров серной кислоты, охлаждают. Раствор в стакане разбавляют раствором серной кислоты 1:1, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки раствором серной кислоты 1:1 и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г олова.

Раствор Б: 10,0 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки раствором серной кислоты 1:1 и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,00005 г олова.

Раствор В: 5,0 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки раствором серной кислоты 1:1 и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см³ раствора В содержит 0,00001 г олова.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Массу навески лабораторной пробы, приготовленной в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито со стороной ячейки в свету 0,16 мм, в зависимости от массовой доли олова, определяют по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см³	Масса олова в аликвотной части раствора, г
От 0,01 до 0,025	0,5	50	От 0,000025 до 0,000625
Св. 0,025 » 0,05	0,5	20	» 0,000025 » 0,0005
» 0,05 » 0,1	0,25	20	» 0,000025 » 0,0005
» 0,1 » 0,2	0,25	10	» 0,000025 » 0,0005

Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 50 см³ раствора серной кислоты (1:4), приливают 5 см³ азотной кислоты и нагревают до начала выделения паров серной кислоты. Стенки колбы обмывают водой и повторно нагревают до начала выделения паров серной кислоты. Охлажденные соли растворяют в 100 см³ горячей воды и отфильтровывают выделившуюся кремниевую кислоту на фильтр средней плотности в стакан вместимостью 400 см³, в который предварительно наливают 50 см³ раствора винной кислоты (основной раствор).

Осадок на фильтре промывают 6—8 раз раствором серной кислоты (1:200). Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, подсушивают, озоляют и прокаливают в муфельной печи при 600—700 °С. После охлаждения осадок в тигле увлажняют несколькими каплями воды, прибавляют 3—4 капли серной кислоты, 3—4 см³ фтористоводородной кислоты и содержимое тигля осторожно выпаривают до полного удаления серной кислоты. Сухой остаток прокаливают 10—15 мин при 600—700 °С, затем сплавляют с 1 г пиросернокислого калия при 650—700 °С.

Плав растворяют в воде при нагревании с добавлением 2—5 капель серной кислоты; раствор присоединяют к фильтрату. Объединенный раствор упаривают до 150 см³, приливают 1 см³ раствора азотнокислой ртути и нейтрализуют аммиаком до pH=2 по универсальной индикаторной бумаге, приливают 2 см³ соляной кислоты и доливают водой до 250 см³.

К раствору, нагретому до 80—90 °С, приливают 30 см³ раствора тиоацетамида порциями по 10 см³ с интервалом 10 мин и выдерживают при этой температуре 20—30 мин, затем выдерживают 12 ч.

Выпавший осадок сульфидов металлов отфильтровывают на плотный фильтр, содержащий бумажную кашицу, и промывают 8—10 раз холодной водой.

Осадок на фильтре растворяют в 30 см³ смеси соляной и азотной кислот (3:1) в стакан, в котором проводилось осаждение; фильтр промывают 3—4 раза горячей водой.

К раствору в стакане приливают 20 см³ раствора серной кислоты (1:1) и нагревают до выделения паров серной кислоты. Для полного разрушения органических веществ добавляют по каплям азотную кислоту до обесцвечивания раствора.

Стенки стакана обмывают водой и повторно нагревают раствор до выделения паров серной кислоты. Если раствор окрашен в темный цвет, разрушение органических веществ повторяют.

Затем охлажденный раствор в стакане разбавляют водой до 70—80 см³, приливают 10 см³ раствора алюмокалиевых квасцов, 1—2 капли индикатора метилового красного и осаждают аммиаком гидроокиси алюминия и олова (pH=8—9).

Осадку гидроокисей металлов дают скоагулироваться, нагревая раствор до кипения, отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 4—5 раз горячей водой с добавлением нескольких капель аммиака. Фильтрат отбрасывают. В случае неполного отделения меди осаждение гидроокиси металлов повторяют.

Осадок на фильтре растворяют в 25 см³ горячего раствора серной кислоты (1:3), промывают 3—4 раза горячей водой.

Фильтрат и промывные воды собирают в стакан, в котором производилось осаждение, затем раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают воду до метки и перемешивают.

Аликвотную часть анализируемого раствора, выбранную по табл. 1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют воду до объема 50 см³, нейтрализуют по индикаторной бумаге конго раствором аммиака до изменения цвета бумаги от синего до сиреневого (pH=5), добавляют 3 см³ раствора серной кислоты (1:1), 4 см³ раствора марганцовокислого калия. Через 5 мин к раствору в колбе добавляют 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 2 см³ раствора желатина, 10 см³ спирта и 5 см³ раствора паранитрофенилфлуорона или фенилфлуорона.

Раствор в колбе доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность полученного раствора измеряют через 60 мин на спектрофотометре при длине волны 530 нм или фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в области светопропускания от 500 до 560 нм.

Окраска раствора устойчива в течение 50 мин.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт на определение содержания олова в реактивах.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

Массу олова определяют по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Для построения градуировочного графика в конические колбы вместимостью по 250 см³ в зависимости от массовой доли олова в пробе поочередно отбирают:

0,0; 5,0; 7,0; 9,0; 11,0 и 13,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0,0000; 0,00005; 0,00007; 0,00009; 0,00011 и 0,00013 г олова — при массовой доле олова от 0,01 до 0,025 %;

0,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0000; 0,000125; 0,000150; 0,000175; 0,000200; 0,000225 и 0,000250 г олова — при массовой доле олова свыше 0,025 до 0,1 %;

0,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0000; 0,00025; 0,00030; 0,00035; 0,00040; 0,00045 и 0,00050 г олова — при массовой доле олова свыше 0,1 %.

Затем во все колбы прибавляют навески железа и титана массой, соответствующей массовой доле их в навеске пробы, приливают по 50 см³ раствора серной кислоты 1:4 и растворяют при нагревании. Далее поступают, как указано в п. 3.1. Раствор, не содержащий стандартного раствора олова, служит раствором сравнения.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им массовым долям олова строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

m_1 — масса навески, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерения массовой доли олова приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемое расхождение, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 0,01 до 0,02 включ.	0,006	0,007	0,006	0,007	0,004
Св. 0,02 » 0,05 »	0,008	0,010	0,008	0,010	0,005
» 0,05 » 0,10 »	0,02	0,02	0,02	0,02	0,01
» 0,1 » 0,2 »	0,02	0,03	0,02	0,03	0,01

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

5.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот, распылении раствора в пламя закись азота-ацетилен и измерении атомной абсорбции олова при длине волны 224,6 нм.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, раствор с массовой долей 19 г/дм³.

Железо треххлористое по ГОСТ 4147—74.

Железо металлическое.

Раствор железа: 12,5 г металлического железа или 60,5 г железа треххлористого растворяют в 100 см³ раствора соляной кислоты 1:1 и окисляют 4—6 каплями азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,025 г железа.

Титан металлический.

Раствор титана: 12,5 г титана растворяют при нагревании в 250 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки раствором соляной кислоты 1:1 и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,025 г титана.

Олово металлическое.

Стандартный раствор олова: 0,4000 г олова растворяют в 100 см³ соляной кислоты при нагревании до температуры не выше 80—90 °С. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки раствором соляной кислоты 1:2 и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0004 г олова.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску ферротитана массой 1 г растворяют в зависимости от массовой доли кремния в пробе одним из двух способов.

Способ 1. При массовой доле кремния до 5 % навеску ферротитана помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты 1:1 и 5 см³ азотной кислоты. После прекращения бурной реакции раствор нагревают до растворения пробы, затем добавляют 10 см³ раствора серной кислоты.

Способ 2. При массовой доле кремния свыше 5 % навеску ферротитана помещают в платиновую чашку, смачивают водой, добавляют 10 см³ раствора фтористоводородной кислоты и небольшими порциями 5 см³ азотной кислоты. После прекращения бурной реакции раствор нагревают до растворения пробы, затем добавляют 10 см³ раствора серной кислоты. Раствор, полученный способом 1 или 2, выпаривают до паров серной кислоты, выпаривание продолжают еще в течение 5 мин, затем раствор охлаждают, добавляют 50 см³ воды и нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ хлористого калия, доливают до метки водой и перемешивают. При необходимости раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

5.3.2. Для построения градуировочного графика в семь стаканов вместимостью по 250 см³ наливают по 4 см³ раствора железа и по 4 см³ раствора титана на каждые 10 % их содержания в навеске пробы, добавляют по 5 см³ азотной и по 10 см³ раствора серной кислоты, затем в шесть стаканов отбирают 0,5; 1,0; 2,5; 4,0; 5,0 и 6,5 см³ стандартного раствора олова, что соответствует 0,0002; 0,0004; 0,0010; 0,0016; 0,0020 и 0,0026 г олова. Растворы выпаривают до паров серной кислоты, продолжают выпаривание еще в течение 5 мин и далее поступают, как указано в п. 5.3.1.

5.3.3. Атомную абсорбцию олова измеряют в анализируемом растворе, в растворе контрольного опыта и в растворах для построения градуировочного графика при длине волны 224,6 нм в пламени закись азота-ацетилен.

Градуировочный график строят по результатам, полученным после вычитания значения атомной абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор олова, из значений атомных абсорбций растворов, содержащих стандартный раствор, и соответствующим им массовым долям олова.

После вычитания значения атомной абсорбции раствора контрольного опыта из значения атомной абсорбции анализируемого раствора находят концентрацию олова в растворе пробы по градуировочному графику.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю олова (Sn) в процентах вычисляют по формуле

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

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

V — объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески, г.

5.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерения массовой доли олова приведены в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *С.Н. Гавращук*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 16.02.99. Подписано в печать 18.03.99. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 144 экз. С2265. Зак. 245.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru