МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.24:546.811.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

Метод определения олова

Nickel. Method for the determination of tin

ГОСТ 13047.12—81*

Взамен ГОСТ 13047.12—67

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 декабря 1981 г. № 5514 срок введения установлен

с 01.01.82

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения олова при массовой доле его в никеле от 0,0001 до 0,003 %.

Метод основан на растворении никеля в азотной или в азотной и фтористоводородной кислотах, выделении олова осаждением с гидратированной двуокисью марганца или выделении олова на аниоците из 2 М раствора соляной кислоты и на фотометрическом определении его в виде комплекса с фенилфлуороном в присутствии аскорбиновой и лимонной кислот при длине волны 510 или 538 нм.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2253—80.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13047.1—81. Контроль точности результатов анализа осуществляют по ГСО или методом добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Колонки ионообменные внутренним диаметром 10—11 мм и высотой 250 мм.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, 1 : 1 и 1 М растворы.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 2 М раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и растворы 1:1, 1:4 и 2,5 М.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор 400 г/дм^3.

Кислота аскорбиновая по Государственной фармакопее СССР. X изд., раствор 20 г/дм^3, свежеприготовленный.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, раствор 100 г/дм^3, свежеприготовленный.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор 100 г/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 20 г/дм^3.

Анионит, сильноосновной, АВ-17, DOWEX 1 × 8, AMBERLITE IPA-400.

Анионит, слабоосновной, ЭДЭ-10П.

Анионит измельчают в фарфоровой ступке, просеивают и отбирают фракцию зернами размером от 0,2 до 0,3 мм. В нижнюю часть колонки помещают слой стеклянной или лавсановой ваты и колонку наполняют до высоты 150 мм анионитом, выдержанным в воде в течение суток.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

* *Переиздание (июль 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1986 г. (ИУС 10—86).*

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 1999

Зерна слабоосновного анионита предварительно намачивают в насыщенном растворе хлорида натрия до полного насыщения. Колонку промывают 200 $см^3$ раствора соляной кислоты 1:1 со скоростью 2 $см^3$/мин, а затем водой до нейтральной реакции. Анионит переносят в стакан, заливают раствором гидроокиси натрия, перемешивают, снова заполняют колонку анионитом и промывают 100 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, а затем водой до нейтральной реакции. Для перевода смолы в хлоридную форму через колонку пропускают 150 $см^3$ 2 М раствора соляной кислоты со скоростью пропускания 2 $см^3$/мин.

После каждого вымывания олова колонку промывают 200 $см^3$ воды и затем 150—200 $см^3$ 2 М раствора соляной кислоты.

Подготовленную таким образом колонку допускается использовать 20—25 раз, после чего необходимо регенерировать анионит раствором соляной кислоты 1:1 и раствором гидроокиси натрия, как и при подготовке нового анионита.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Марганец азотнокислый по ТУ 6—09—4011—75, раствор 50 г/$дм^3$.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор 10 г/$дм^3$.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30 %-ный раствор.

Желатин по ГОСТ 11293—89, раствор 10 г/$дм^3$, свежеприготовленный.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

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

Олово металлическое по ГОСТ 860—75.

Стандартные растворы олова.

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

1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг олова.

Раствор Б: 25 $см^3$ раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают до метки 2,5 М раствором серной кислоты и перемешивают.

Растворы хранят не более 30 сут.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,01 мг олова.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. При массовой доле в никеле до 0,05 % кремния навеску никеля массой, установленной в зависимости от массовой доли олова, помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в растворе азотной кислоты 1:1 в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Масса навески никеля, г	Объем раствора азотной кислоты 1:1 для растворения, $см^3$
От 0,0001 до 0,0008	5	40
Св. 0,0008 » 0,002	2	20
» 0,002 » 0,003	1	10

После удаления окислов азота кипячением раствор разбавляют водой до 100 $см^3$, приливают 5 $см^3$ раствора азотнокислого марганца и нейтрализуют аммиаком до выделения осадка гидроокиси никеля. Затем добавляют 25 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1 и воды до 190 $см^3$. Раствор нагревают до кипения, добавляют 10 $см^3$ раствора марганцовокислого калия и кипятят в течение 2 мин. Спустя 1 ч раствор отфильтровывают через фильтр средней плотности, а осадок промывают горячим 1 М раствором азотной кислоты до исчезновения окраски азотнокислого никеля.

Осадок с фильтра смывают водой в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают 10 $см^3$ горячего раствора серной кислоты 1:4, содержащего 5—7 капель раствора перекиси водорода, а затем водой. Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки стакана ополаскивают 5—7 $см^3$ воды и выпаривают до получения влажных солей. К охлажденному остатку добавляют 2,5 $см^3$ 2,5 М раствора серной кислоты, 2 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты и нагревают. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ и последовательно добавляют 5 $см^3$ раствора лимонной кислоты, 1 $см^3$ раствора желатина, 5 $см^3$ ацетона и 2 $см^3$ раствора фенилфлуорона, перемешивая после добавления каждого реактива. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Спустя 1 ч измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 510 или 538 нм.

Раствором сравнения служит объединенный раствор контрольных опытов.

Массу олова находят по градуировочному графику.

3.2. При массовой доле в никеле свыше 0,05 % кремния навеску никеля массой, установленной в зависимости от массовой доли олова, помещают в платиновую чашку и растворяют в растворе

азотной кислоты 1:1 в соответствии с табл. 1 с добавлением 5 см^3 раствора фтористоводородной кислоты. После растворения добавляют 10 см^3 раствора серной кислоты 1:1 и выпаривают до появления белых паров серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки чашки ополаскивают 5—7 см^3 воды и вновь выпаривают до паров серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки чашки ополаскивают 20 см^3 воды, нагревают до растворения солей, переливают в стакан вместимостью 250 см^3, доливают водой до объема около 100 см^3, приливают 5 см^3 раствора азотнокислого марганца и далее проводят анализ, как указано в п. 3.1.

3.3. Навеску никеля массой, установленной в зависимости от массовой доли олова по табл. 1, помещают в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют 100 см^3 соляной кислоты и осторожно растворяют на песчаной бане. Раствор выпаривают досуха (не пересушивать!), для растворения солей приливают 100 см^3 2 М раствора соляной кислоты и пропускают раствор через колонку с анионитом. Если есть нерастворимый остаток, то раствор в колонку фильтруют через фильтр средней плотности. Промывают стакан и фильтр 100 см^3 2 М раствора соляной кислоты, фильтр убирают и продолжают промывать колонку еще 100 см^3 2 М раствора соляной кислоты, приливая ее по 5—7 см^3. Следующую порцию раствора приливают в колонку после того, как стечет предыдущая. Олово вымывают из колонки 250 см^3 2,5 М раствора серной кислоты, собирая элюат в стакан вместимостью 300 см^3, добавляют 5 см^3 раствора хлористого натрия и выпаривают до получения влажных солей, охлаждают и добавляют 2,5 см^3 2,5 М раствора серной кислоты и далее проводят анализ, как указано в п. 3.1.

3.4. Для построения градуировочного графика в шесть из семи стаканов вместимостью по 250 см^3 отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг олова, выпаривают досуха и охлаждают. Во все стаканы добавляют по 2,5 см^3 2,5 М раствора серной кислоты, раствор нагревают, добавляют по 2 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, охлаждают и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий олово.

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

Разд. 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0001 до 0,0002	0,00008
Св. 0,0002 » 0,0004	0,00012
» 0,0004 » 0,0006	0,0002
» 0,0006 » 0,0012	0,0003
» 0,0012 » 0,003	0,0008

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.07.99. Подписано в печать 12.08.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,47.
Тираж 132 экз. С3500. Зак. 656.

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