УДК 669.55 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Метод определения олова

Zinc alloys. Method for the determination of tin

ГОСТ 25284.7—82

(СТ СЭВ 2935—81)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1982 г. № 2159 срок действия установлен

с 01.01. 1983 г.

до 01.01. 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения олова при массовой доле его от 0,0005 до 0,02%.

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте, осаждении олова с гидроокисью марганца (IV), образовании окрашенного соединения олова с фенилфлуороном и измерении оптической плотности раствора при длине волны 510 нм.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2935—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 25284.0—82.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и раствор 1 : 200.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная и растворы 1 : 1, 1 : 4 и 5 н.

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815—76, 2%-ный раствор, свежеприготовленный.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 20%-ный раствор, свежеприготовленный.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

Марганец сернокислый по ГОСТ 435—77, 2%-ный раствор.

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

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 1%-ный раствор.

Желатин по ГОСТ 11293—78, 1%-ный раствор, свежеприготовленный.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, 96%-ный.

Фенилфлуорон, раствор: 0,1 г фенилфлуорона помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 50 см^3 этилового спирта с добавлением 1 см^3 раствора серной кислоты (1 : 1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают этиловым спиртом до метки и перемешивают; хранят в темном месте.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—79 с массовой долей олова менее 0,0001%.

Олово металлическое по ГОСТ 860—75.

Стандартный раствор олова: 0,1000 г олова растворяют в 10 см^3 серной кислоты, раствор охлаждают, разбавляют 5 н. раствором серной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают 5 н. раствором серной кислоты до метки и перемешивают.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 5,0 г помещают в стакан вместимостью 600 см^3, добавляют 20 см^3 воды, накрывают часовым стеклом и осторожно, небольшими порциями, добавляют 20 см^3 азотной кислоты. После растворения пробы раствор кипятят для удаления окислов азота, разбавляют водой до объема 150 см^3 и нейтрализуют аммиаком до появления постоянного осадка, который растворяют добавлением 1—2 капли азотной кислоты. Раствор разбавляют водой до объема 200 см^3, добавляют 5 см^3 раствора сернокислого марганца, нагревают до кипения, добавляют 5 см^3 раствора марганцовокислого калия, кипятят 3—5 мин и оставляют на 1 ч. Затем раствор фильтруют через фильтр средней плотности, фильтр с осадком промывают 5—7 раз горячим раствором азотной кислоты. Осадок смывают с развернутого фильтра в стакан, в котором проводилось осаждение, и промывают фильтр 10 см^3 горячего раствора серной кислоты (1 : 4) с добавлением 5—7 капель раствора перекиси водорода, а затем несколько раз горячей водой. Раствор выпаривают до появления белых паров. Остаток охлаждают, стенки стакана ополаскивают 3—5 см^3 воды и вновь выпаривают до появления белых паров. К остатку добавляют 5 н. раствора серной кислоты, охлаждают, переносят в мер-

ную колбу вместимостью 100 см³, доливают 5 н. раствором серной кислоты до метки и перемешивают. В зависимости от содержания олова отбирают аликвотную часть раствора (табл. 1) в стакан вместимостью 100 см³ и выпаривают досуха (не прокаливать).

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,0005 до 0,005	20
Св. 0,005 » 0,01	10
» 0,01 » 0,02	5

Остаток в стакане охлаждают, добавляют 2,5 см³ 5 н. раствора серной кислоты, 5 см³ воды, нагревают до кипения и охлаждают. Добавляют 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 5 см³ раствора лимонной кислоты, 1 см³ раствора желатина, 3 см³ ацетона и 1 см³ раствора фенилфлуорона, перемешивая после добавления каждого реактива. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Через 3 ч измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 510 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.2. Для построения градуировочного графика в семь стаканов вместимостью 600 см³ помещают по 5 г цинка, добавляют по 20 см³ воды, накрывают часовым стеклом и осторожно добавляют небольшими порциями 20 см³ азотной кислоты. Растворы кипятят для удаления окислов азота, разбавляют водой до объема 150 см³ и в шесть стаканов вводят: 0,25; 0,50; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора. Растворы во всех стаканах нейтрализуют аммиаком до появления постоянного осадка, который растворяют, добавляя 1—2 капли азотной кислоты. Далее поступают как указано в п. 3.1, отмеряя аликвотную часть по 20 см³ из каждого раствора. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий олова.

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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 пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

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 0,0005 до 0,001	0,0003
Св. 0,001 » 0,003	0,0005
» 0,003 » 0,006	0,0008
» 0,006 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,02	0,002

Изменение № 1 ГОСТ 25284.7—82 Сплавы цинковые. Метод определения олова

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.06.87 № 2795

Дата введения 01.03.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить слова: «5 н раствор серной кислоты» на «раствор серной кислоты 5 моль/дм^3».

Раздел 2. Заменить значение: 5 н. на «концентрации c (1/2 H_2SO_4) = =5 моль/дм^3 (5 н.)»; четвертый абзац. Исключить слова: «по ГОСТ 4815—76».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «постоянного осадка» на «неисчезающего осадка», «средней плотности» на «белая лента».

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru