УДК 669.25 : 546.811.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОБАЛЬТ

Метод определения олова

COBALT
Method for the determination of tin

ГОСТ 741.18—80

Взамен
ГОСТ 741.18—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 января 1980 г. № 48 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения олова от 0,00005 до 0,002%.

Метод основан на фотометрировании красного коллоидного раствора, образованного оловом с фенилфлуороном. От мешающих определению элементов олово отделяют на анионите.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 741.0—80.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Колонки ионообменные внутренним диаметром 10—11 мм и высотой около 500 мм, заполненные примерно 5 г анионита.

Смола-анионит АВ-17; к работе готовят следующим образом: фракцию ионообменной смолы 0,25—0,5 мм замачивают в 2 н. растворе соляной кислоты на сутки, после чего переносят в колонку, в нижней части которой находится стеклянная вата, промывают 2 н. раствором соляной кислоты до исчезновения желтой окраски в элюате, пропускают 200 мл воды и 100 мл 2 н. раствора соляной кислоты для перевода смолы в хлор-ионную форму. После этого колонка готова к работе. Скорость пропускания растворов через колонку 1,5—2 мл в 1 мин.

gost.e-ecolog.ru

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1, 5 н. раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, 10%-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 0,1%-ный спиртовой раствор.

Фенилфлуорон, 0,02%-ный спиртовой раствор: 50 мг фенилфлуорона помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, добавляют 1 мл серной кислоты (1 : 1) и 150 мл этилового спирта, закрывают колбу стеклом и осторожно нагревают при перемешивании на водяной бане. Растворение длительное, но проходит полностью. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводят до метки спиртом. Хранят в темном месте. Раствор пригоден около двух месяцев.

Буферный раствор: 100 г уксуснокислого натрия растворяют в 1 л воды, содержащей 240 мл уксусной кислоты.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, 0,5%-ный свежеприготовленный раствор: 0,5 г желатина заливают 100 мл воды, оставляют на 1 ч и растворяют при слабом нагревании, фильтруют.

Олово металлическое по ГОСТ 860—75.

Стандартные растворы олова.

Раствор А: 0,2 г измельченного олова растворяют в 20 мл концентрированной серной кислоты в стакане вместимостью 500 мл, выпаривают до густых паров серной кислоты, охлаждают, добавляют 100 мл 5 н. серной кислоты. Охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 200 мл, доводят до метки 5 н. серной кислотой.

1 мл раствора А содержит 1 мг олова.

Раствор Б: 10 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл, доливают до метки 5 н. серной кислотой.

1 мл раствора Б содержит 0,02 мг олова.

Раствор В: 100 мл раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл, доливают до метки 5 н. серной кислотой.

1 мл раствора В содержит 0,004 мг олова.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску кобальта массой, указанной в табл. 1, помещают в стакан вместимостью 400 мл, добавляют 100 мл концентрированной соляной кислоты и осторожно растворяют на песчаной бане. Выпаривают раствор досуха (не закаливая). Для растворения солей приливают 100 мл 2 н. соляной кислоты. Пропускают рас-

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Масса навески, г
От 0,00005 до 0,0002	10
Св. 0,0002 „ 0,0005	5
„ 0,0005 „ 0,0012	2
„ 0,0012 „ 0,002	1

твор через колонки с анионитом (через воронку с фильтром). Промывают стакан и фильтр 100 мл 2 н. соляной кислоты. Снимают воронку с фильтром и продолжают промывку колонки второй порцией 100 мл 2 н. соляной кислоты, приливая ее по 5—7 мл, следующую порцию приливают после того, как стечет предыдущая. Обмывают концы капиллярных трубочек соляной кислотой и водой, ставят под колонки мерные колбы вместимостью 250 мл и десорбируют олово 250 мл 5 н. серной кислоты, набирая элюат до метки мерной колбы вместимостью 250 мл. Растворы перемешивают (для перевода анионита в хлор-ионную форму пропускают через колонку 100 мл 2 н. соляной кислоты).

Отбирают аликвотную часть раствора 100 мл в стакан вместимостью 150 мл, добавляют 5 мл 10%-ного раствора хлористого натрия и выпаривают до 1 мл. Охлаждают, добавляют 2 мл 5 н. серной кислоты и 4 мл воды обмывают стенки стакана, растворяют соли, охлаждают. Дают каплю фенолфталеина, нейтрализуют по каплям раствором аммиака до фиолетового цвета раствора, добавляют по каплям 5 н. серную кислоту до обесцвечивания и еще 12 мл в избыток. Охлаждают растворы до комнатной температуры, приливают 10 мл буферного раствора, 2 мл 0,5%-ного раствора желатина, 5 мл 0,02%-ного раствора фенилфлуорона (готовят по одной пробе, перемешивают после добавления каждого реактива). После 5 мин стояния окрашенные растворы переносят в мерные колбы вместимостью 50 мл, доливают до метки водой, перемешивают и оставляют стоять 1 ч (с момента приливания фенилфлуорона).

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (530—540 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит контрольный опыт, проведенный через весь ход анализа. Содержание олова находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 50 мл микробюреткой отбирают последовательно 0; 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 мл стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010 мг

олова, и из бюретки 5 н. серную кислоту так, чтобы ее количество вместе со стандартным раствором олова составляло 5 мл, приливают по 1 капле 0,1%-ного раствора фенолфталеина и нейтрализуют раствором аммиака до слабо-фиолетовой окраски раствора, добавляют по каплям 5 н. серную кислоту до обесцвечивания и еще 12 мл в избыток. Охлаждают растворы до комнатной температуры, приливают 10 мл буферного раствора, 2 мл 0,5%-ного раствора желатина, 5 мл раствора фенилфлуорона, через 5 мин доводят до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 3.1. Строят градуировочный график по найденным значениям оптических плотностей.

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 кобальта, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Допускаемые расхождения, отн. %
От 0,00005 до 0,0002	20
Св. 0,0002 до 0,002	15

Изменение № 1 ГОСТ 741.18—80 Кобальт. Метод определения олова

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.01.86 № 55 срок введения установлен

с 01.07.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 741.0—80 на ГОСТ 741.1—80.

Раздел 2 дополнить абзацем (после первого): «pH-метр»;

третий абзац. Заменить значение и слова: 2 н. на 2 М (3 раза), «хлор-ионную» на «хлорид-ионную»;

четвертый абзац. Заменить значение: 2 н. на 2 М;

пятый абзац. Заменить значение: 5 н. на 2,5 М;

заменить слова и ссылку: «10 %-ный раствор» на «раствор 100 $г/дм^3$»; «0,1 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор 1 $г/дм^3$»; «0,02 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор 0,2 $г/дм^3$»; «0,5 %-ный свежеприготовленный раствор» на «свежеприготовленный раствор 5 $г/дм^3$»; 5 н. на 2,5 М (4 раза); ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 18300—72;

(Продолжение см. с. 88)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.18—80)

после слов «240 мл уксусной кислоты» дополнить словами: «pH 3,9±0,1 раствора устанавливают на pH-метре с добавлением уксусной кислоты или раствора уксуснокислого натрия»;

дополнить абзацем: «Растворы хранят не более 30 дней».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова и значения: «100 мл концентрированной» на 25—100 $см^3$; 2 н. на 2 М (4 раза), 5 н. на 2,5 М; исключить слова: «(не закаливая)»;

второй абзац. Исключить слова: «10 %-ного», «0,5 %-ного», «0,02 %-ного»; заменить слова и значение: «до фиолетового цвета» на «до изменения цвета», 5 н. на 2,5 М.

Пункт 3.2. Исключить слова: «0,1 %-ного», «0,5 %-ного»; заменить слова и значение: «до слабо-фиолетовой окраски» на «до слабо-розовой окраски»; 5 н. на 2,5 М;

после слов «как указано в п. 3.1» дополнить словами: «используя в качестве раствора сравнения раствор, не содержащий олово».

Пункт 4 2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

(Продолжение см. с. 89)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.18—80)

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,00005 до 0,00008 включ.	0,00003
Св. 0,00008 » 0,00012 »	0,00004
» 0,00012 » 0,00018 »	0,00006
» 0,00018 » 0,00025 »	0,00008
» 0,00025 » 0,0004 »	0,00010
» 0,0004 » 0,0006 »	0,00015
» 0,0006 » 0,0012 »	0,00025
» 0,0012 » 0,002 »	0,0004

(ИУС № 5 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 741.18—80 Кобальт. Метод определения олова.

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения олова при массовой доле его в кобальте от 0,0001 до 0,002 %.

Метод основан на измерении светопоглощения комплексного соединения олова с фенилфлюороном при длине волны 510 или 538 нм после предварительного отделения на анионите».

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа»;

третий абзац после обозначения АВ-17 дополнить словами: «по ГОСТ 20301—74»,

дополнить абзацем (после третьего): «Вата стеклянная»;

пятый абзац. Заменить слова: «разбавленная 1 : 1» на «раствор 1 : 1»;

одиннадцатый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 5850—72»;

двенадцатый абзац после значения 1 $см^3$ дополнить словом: «раствора»;

тринадцатый, четырнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Ацетатный буферный раствор: 100,0 г уксусно-кислого натрия растворяют в 500 $см^3$ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, приливают 240 $см^3$ уксусной кислоты и доливают до метки водой.

Желатин, раствор 5 г/$дм^3$: 0,5 г желатина заливают 100 $см^3$ воды, оставляют для набухания на 1 ч, затем растворяют при нагревании до 40—50 °С и фильтруют. Раствор готовят в день применения»;

пятнадцатый абзац. Исключить слово: «металлическое»;

раствор А. Первый абзац изложить в новой редакции: «Раствор А: 0,2000 г измельченного олова растворяют в 20 $см^3$ серной кислоты, упаривают до густых паров серной кислоты. Охлаждают, добавляют 100 $см^3$ 2,5 М раствора серной кислоты. После охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ и доливают до метки 2,5 М раствором серной кислоты»;

заменить значение: 1 мг на $1 \cdot 10^{-3}$ г;

после слов «до метки» дополнить словом: «раствором»;

растворы Б и В. Заменить значения: 0,02 мг на $2 \cdot 10^{-5}$ г; 0,004 мг на $1 \cdot 10^{-6}$ г.

Пункт 3.1. Первый абзац. Исключить слова: «концентрированной»; «осторожно»; заменить значение и слова: 2М на «раствором» (3 раза); «Обмывают концы капиллярных трубочек соляной кислотой и водой, ставят под колонки мерные колбы вместимостью 250 $см^3$ и десорбируют олово около 250 $см^3$ 2,5 М серной кислоты, набирая элюат до метки мерной колбы вместимостью 250 $см^3$. Растворы перемешивают (для перевода анионита в хлор-ионную форму пропускают через колонку 100 $см^3$ 2 М соляной кислоты)» на «Олово десорбируют до метки в мерные колбы вместимостью 250 $см^3$»;

таблица 1. Заменить значение: 0,00005 на 0,0001;

второй абзац. После значения 12 $см^3$ исключить слова: «в»; «до комнатной температуры»;

третий, четвертый абзацы изложить в новой редакции: «Измеряют светопоглощение раствора при длине волны 510 или 538 нм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу олова в анализируемом растворе находят по градуировочному графику».

Пункты 3.2, 4 2 изложить в новой редакции: «3.2. «Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ отбирают 0; 0,50; 1,00; 1,50; 2,00; 2,50 $см^3$ стандартного раствора В, что соответствует (0; 0,002, 0,004; 0,006; 0,008;

(Продолжение см. с. 60)

0,010) · 10^{-3} г олова, из бюретки 2,5 М раствор серной кислоты до объема 5 см³, приливают по 1 капле раствора фенолфталеина и далее в соответствии с п. 3.1.

В качестве раствора сравнения используют градуировочный раствор, не содержащий олова.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (*d*), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (*D*), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	*D*
От 0,00010 до 0,00025 включ.	0,00006	0,00008
Св. 0,00025 » 0,00045 »	0,00008	0,00008
» 0,00045 » 0,00060 »	0,00015	0,00015
» 0,0006 » 0,0012 »	0,0002	0,0002
» 0,0012 » 0,0020 »	0,0004	0,0004

(ИУС № 2 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru