УДК 669.018.44:546.811.06:006.354 Группа В39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ

Методы определения олова

ГОСТ 24018.1—80

Nickel — based fireresistant alloys.
Methods for the determination of tin

МКС 77.120.40
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.81

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения олова (при массовых долях от 0,001 % до 0,010 %) в сплавах, не содержащих ниобий и титан, полярографический метод определения олова (при массовых долях от 0,001 % до 0,010 %) и инверсионно-вольтамперометрический метод определения олова (при массовых долях от 0,0001 % до 0,005 %) и непламенный атомно-абсорбционный метод определения олова (при массовых долях от 0,0002 % до 0,010 %).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 24018.0.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА В СПЛАВАХ, НЕ СОДЕРЖАЩИХ НИОБИЙ И ТИТАН

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в синий цвет комплексного соединения олова (IV) с пирокатехиновым фиолетовым, стабилизируемого желатином. Светопоглощение раствора измеряют при λ_{max} = 640 нм. Олово предварительно отделяют от основных компонентов сплава осаждением в виде гидроокиси аммиаком в присутствии трилона Б в качестве комплексообразующего вещества, используют в качестве коллектора гидроокись бериллия.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ГОСТ 11125.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ГОСТ 14262 и разбавленная 1:4.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ГОСТ 24147 и разбавленный 1:100.

Бериллий азотнокислый, водный раствор с массовой концентрацией 20 г/см^3, (г/дм^3).

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с массовой концентрацией 10 г/см^3, (г/дм^3).

Кислота аскорбиновая, пищевая, раствор с массовой концентрацией 1 г/см^3, (г/дм^3).

Пирокатехиновый фиолетовый, 0,001 моль/дм^3, раствор: 0,4324 г пирокатехинового фиолетового растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой, перемешивают.

Желатин пищевой, раствор с массовой концентрацией 0,5 г/см^3, (г/дм^3).

Никель марки Н0 по ГОСТ 849.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Порошок никелевый марки ПНК-УТ1-УТ4 по ГОСТ 9722.

Олово марок ОВч000, 01, 01 пч, по ГОСТ 860.

Стандартные растворы олова.

Раствор А: 0,1 г олова растворяют в 20 см^3 серной кислоты при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 раствором серной кислоты, разбавленной 1:4, охлаждают, доливают до метки этим же раствором и перемешивают.

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

Раствор Б: 10 см^3 стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки раствором серной кислоты, разбавленной 1:4, перемешивают, готовят непосредственно перед использованием.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250—300 см^3, приливают 15 см^3 соляной кислоты, 5 см^3 азотной кислоты, 7 см^3 серной кислоты, накрывают стакан или колбу часовым стеклом и растворяют навеску при нагревании. После растворения навески раствор выпаривают до выделения паров серной кислоты. Соли растворяют в 40 см^3 воды при нагревании. К раствору добавляют 7—10 см^3 раствора аммиака при перемешивании, приливают 50 см^3 раствора трилона Б и кипятят раствор 10—15 мин.

Добавляют 3 см^3 раствора бериллия азотнокислого, раствор аммиака до выделения осадка гидроокисей металлов и избыток 1—2 см^3. Раствор с осадком нагревают при 70 °С — 80 °С в течение 10 мин, не доводя его до кипения. Стакан с содержимым охлаждают в проточной воде или при температуре 15 °С — 20 °С в течение 45—60 мин. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности (белая лента) и промывают 5—7 раз горячим разбавленным раствором аммиака (1:100). Фильтрат отбрасывают. Осадок с фильтра смывают горячей водой в стакан или колбу, где проводилось осаждение гидроокисей металлов. Фильтр промывают 20 см^3 серной кислоты (1:4) и 2 раза горячей водой. Раствор выпаривают приблизительно до 10 см^3, приливают 50 см^3 раствора трилона Б и нагревают в течение 5 мин. Затем приливают раствор аммиака до выделения осадка гидроокисей металлов и избыток 1—2 см^3. Раствор с осадком кипятят в течение 1—2 мин. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности (белая лента) и промывают 5—7 раз горячим разбавленным раствором аммиака (1:100). Фильтрат отбрасывают. Осадок с фильтра смывают горячей водой в стакан или колбу, где проводилось осаждение гидроокисей металлов. Фильтр промывают 20 см^3 серной кислоты (1:4), 2 раза горячей водой и отбрасывают. К фильтрату добавляют 5—7 см^3 азотной кислоты и раствор выпаривают до влажных солей. Обмывают стенки стакана или колбы водой и вновь выпаривают до влажных солей. Соли растворяют в 10 см^3 воды при нагревании, охлаждают. Раствор переносят в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 1 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и устанавливают pH 2,2 раствором аммиака, используя pH-метр. К раствору приливают 1 см^3 раствора желатина, 1,5 см^3 раствора пирокатехинового фиолетового и перемешивают раствор. Через 20 мин раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при λ_{max} = = 640 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 610 до 700 нм. В качестве раствора сравнения используют воду.

Массу олова находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В семь стаканов или колб вместимостью 250—300 см^3 помещают по 0,5 г металлического никеля. В шесть стаканов или колб приливают последовательно 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 см^3 стандартного раствора Б. Седьмой стакан или колба служат для проведения контрольного опыта. Во все стаканы или колбы приливают по 15 см^3 соляной кислоты, 5 см^3 азотной кислоты, 7 см^3 серной кислоты, накрывают стаканы или колбы часовыми стеклами и растворяют навески при нагревании. Далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

Из значений оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта. По найденным величинам оптической плотности и соответствующим им значениям массы олова строят градуировочный график.

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

2.4. Обработка результатов

2.4.1. 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 сплава, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать (при доверительной вероятности 0,95) допускаемых значений, указанных в табл. 3б.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

3.1. Сущность метода

Метод основан на способности олова восстанавливаться на ртутном капающем электроде при потенциале пика минус 0,48 В относительно ртутного анода на фоне 2 моль/дм^3 HCl и 3 моль/дм^3 NaCl. Олово предварительно отделяют аммиаком от основных компонентов сплава на гидроокиси бериллия в присутствии трилона Б. При определении олова в сплавах, содержащих более 1 % титана, проводят дополнительное отделение олова от титана раствором гидроокиси натрия. Режим полярографирования — переменно-токовый или осциллографический.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного тока или полярографосциллографический. Ячейка полярографическая, выполненная из стекла с анодом (донная ртуть) и ртутным капающим катодом, прилагаемая к полярографу.

Ртуть марки Р1 по ГОСТ 4658, не содержащая влаги.

Азот газообразный по ГОСТ 9293 или аргон по ГОСТ 10157.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ГОСТ 14261.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ГОСТ 11125.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ГОСТ 14262, разбавленная 1:4.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, с массовой концентрацией 10 г/см^3, (г/дм^3).

Бериллий азотнокислый, водный раствор 0,08 г/см^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный раствор 1:50.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой концентрацией 20 г/см^3, (г/дм^3).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Олово по ГОСТ 860, марки 01.

Стандартные растворы олова.

Раствор А: 0,1 г олова растворяют в 20 см^3 серной кислоты при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, раствором серной кислоты, разбавленной 1:4, охлаждают, доливают до метки этим же раствором и перемешивают.

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

Раствор Б: 10 см^3 стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки раствором серной кислоты, разбавленной 1:4, и перемешивают, готовят непосредственно перед использованием.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250—300 см^3, приливают 15 см^3 соляной кислоты, 5 см^3 азотной кислоты, 2 см^3 серной кислоты, накрывают стакан или колбу часовым стеклом и растворяют навеску при нагревании. Раствор выпаривают до объема приблизительно 10 см^3, приливают 50 см^3 раствора трилона Б, 5 см^3 раствора бериллия азотнокислого и нагревают в течение 5 мин. Затем приливают раствор аммиака до выпадения осадка гидроокисей металлов и избыток 1—2 см^3. Раствор с осадком кипятят в течение 1—2 мин, снимают стакан или колбу с плиты и дают осадку осесть в течение 1 ч. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности «белая лента» и промывают 5—7 раз разбавленным раствором аммиака, фильтрат отбрасывают. Осадок с фильтра смывают разбавленным раствором аммиака в стакан, в котором проводилось осаждение гидроокисей металлов. Фильтр промывают 20 см^3 серной кислоты (1:4) и 2 раза горячей водой. К раствору добавляют 3 см^3 азотной кислоты и выпаривают раствор до влажных солей.

При массовой доле титана в сплаве менее 1 %, соли растворяют в 10 см^3 воды при нагревании, добавляют 9 см^3 соляной кислоты и 9 г хлористого натрия, переносят содержимое стакана в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При массовой доле титана в сплаве более 1 %, соли растворяют в 10 см^3 воды при нагревании, добавляют 20 см^3 раствора гидроокиси натрия и снова нагревают в течение 2 мин. Затем раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор отфильтровывают через сухой фильтр средней плотности «белая лента» в сухой стакан. Отбирают 25 см^3 фильтрата в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 12 см^3 соляной кислоты, 4,2 г хлористого натрия, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор продувают азотом или аргоном в течение 5 мин и снимают полярограмму от минус 0,2 до минус 0,8 В, регистрируя пик восстановления олова при минус 0,48 В. Чувствительность прибора выбирают так, чтобы высота пика восстановления олова была не менее 10 мм.

Массу олова в испытуемом растворе определяют по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В стаканы или колбы вместимостью 250—300 см^3 помещают 0,5; 1; 2; 4; 5 см^3 стандартного раствора Б, приливают по 15 см^3 соляной кислоты, 5 см^3 азотной кислоты, 2 см^3 серной кислоты и далее растворы проводят через все стадии анализа, как указано в п. 3.3.1. Одновременно проводят контрольный опыт.

Значение высоты пика контрольного опыта вычитают из значения высоты пика исследуемого раствора.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю олова (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

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

m_1 — масса навески сплава или масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора при массовой доле титана более 1 %.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать (при доверительной вероятности 0,95) допускаемых значений, указанных в табл. 3а.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ИНВЕРСИОННО-ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

4.1. Сущность метода

Метод основан на предварительном концентрировании олова на стационарном ртутном капельном электроде при потенциале минус 0,75 В по отношению к хлорсеребряному электроду или минус 0,9 В по отношению к ртутному аноду в растворе 0,5 моль/дм^3 щавелевой кислоты и $1 \cdot 10^{-4}$ моль/дм^3 метиленового голубого с последующей регистрацией тока анодного растворения олова при потенциале минус 0,54 В по отношению к хлорсеребряному электроду или минус 0,73 В по отношению к ртутному аноду. Олово предварительно отделяют аммиаком от основных компонентов сплава на гидроокиси бериллия в присутствии трилона Б.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного тока, осциллографический или постоянного тока. Ячейка полярографическая с анодом (донная ртуть) или с выносным анодом (ртуть в насыщенном растворе хлористого калия), хлорсеребряным электродом сравнения и стационарным ртутным капельным электродом любой конструкции, обеспечивающей требуемую точность воспроизводимости аналитического сигнала.

Ртуть марки Р0 по ГОСТ 4658, не содержащая влаги.

Азот газообразный по ГОСТ 9293 или аргон по ГОСТ 10157.

Кислота соляная по ГОСТ 14261 или ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 11125 или ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 14262 или ГОСТ 4204, разбавленная 1:4.

Аммиак водный по ГОСТ 24147, ГОСТ 3760 и разбавленный раствор 1:50.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Бериллий азотнокислый, водный раствор 0,08 г/см^3.

Соль динатриевая, этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б), по ГОСТ 10652, раствор с массовой концентрацией 10 г/см^3, (г/дм^3).

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, растворы 1 моль/дм^3 и 0,5 моль/дм^3.

Метиленовый голубой, водный раствор с массовой концентрацией 15 г/см^3, (г/дм^3).

Олово марки 01 по ГОСТ 860.

Стандартные растворы олова.

Раствор А: 0,1 г олова растворяют в 20 см^3 серной кислоты при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 раствором серной кислоты, разбавленной 1:4, охлаждают, доливают до метки этим же раствором и перемешивают.

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

Раствор Б: 10 см^3 стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки раствором серной кислоты, разбавленной 1:4, и перемешивают.

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

Раствор В: 5 см^3 стандартного раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 стандартного раствора В содержит 0,000001 г олова.

Растворы Б и В готовят непосредственно перед использованием.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250—300 см^3, приливают 15 см^3 соляной кислоты, 5 см^3 азотной кислоты, 2 см^3 серной кислоты и растворяют навеску при нагревании. После растворения навески раствор выпаривают до приблизительно 10 см^3, приливают 50 см^3 раствора трилона Б, 5 см^3 раствора бериллия азотнокислого и нагревают в течение 5 мин. Затем приливают раствор аммиака до выпадения осадка гидроокисей металлов и избыток 1—2 см^3. Раствор с осадком кипятят в течение 1—2 мин, снимают стакан или колбу с плиты и дают осадку осесть в течение 1 ч.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности «белая лента», промывают 5—7 раз горячей водой, фильтрат отбрасывают. Осадок с фильтра смывают разбавленным раствором аммиака в стакан, в котором проводилось осаждение гидроокисей металлов, фильтр промывают 20 см^3 серной кислоты (1:4) и 2 раза разбавленным раствором аммиака. К раствору добавляют 3 см^3 азотной кислоты и выпаривают раствор до влажных солей. Соли растворяют в 10 см^3 воды при нагревании, добавляют 25 см^3 раствора 1 моль/дм^3 щавелевой кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Для определения содержания олова в полярографическую ячейку приливают 20 см^3 раствора 0,5 моль/дм^3 щавелевой кислоты, предварительно продутого азотом или аргоном в течение 5 мин, 0,5 см^3 метиленового голубого, аликвотную часть исследуемого раствора (табл. 3) в зависимости от предполагаемой массовой доли олова в сплаве.

Таблица 3*

Массовая доля олова, %	Объем аликвотной части раствора, см^3	Масса сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г
От 0,0001 до 0,0005	2	0,02
Св. 0,0005 » 0,001	1	0,01
» 0,001 » 0,0025	1	0,01
» 0,0025 » 0,005	0,5	0,005

Устанавливают на полярографе потенциал минус 0,75 В или минус 0,9 В по отношению к хлорсеребряному электроду или донной ртути соответственно и проводят концентрирование олова на стационарном ртутном капельном электроде в непрерывно перемешиваемом растворе в течение 1 мин. По окончании времени накопления прекращают перемешивание и дают раствору успокоиться 15 с, после чего снимают анодную поляризационную кривую при линейно изменяющемся потенциале электрода до минус 0,2 В, регистрируя пик растворения олова при минус 0,54 В или минус 0,73 В по отношению к хлорсеребряному электроду или донной ртути. Чувствительность прибора выбирается так, чтобы высота регистрируемого пика была не менее 10 мм. Для каждого измерения получают новую каплю ртути.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

* Табл. 1, 2, 4. **(Исключены, Изм. № 2).**

4.3.2. Содержание олова находят методом стандартных добавок. Аликвотную часть стандартного раствора В добавляют в испытуемый раствор, перемешивают 1 мин и далее ведут накопление олова, как указано в п. 4.3.1 при определении содержания олова в испытуемом растворе.

Величину стандартной добавки выбирают так, чтобы высота пика олова после введения добавки увеличилась в 1,5—2 раза.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю олова (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(h - h_1) \cdot V \cdot C \cdot 100}{(h_2 - h) \cdot m},$$

где h — высота пика олова при полярографировании испытуемого раствора, мм;

h_1 — высота пика олова при полярографировании раствора контрольного опыта, мм;

h_2 — высота пика олова после введения в ячейку стандартной добавки, мм;

V — объем стандартной добавки, см^3;

C — концентрация стандартного раствора, г/см^3;

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

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (при доверительной вероятности 0,95) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 3б.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. НЕПЛАМЕННЫЙ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения излучения свободными атомами олова при длине волны 286,3 нм, образующимися при введении анализируемого раствора в электротермический атомизатор. Олово предварительно отделяют от основных компонентов сплава осаждением в виде гидроксида аммиаком в присутствии трилона Б в качестве комплексообразующего вещества и с использованием коллектора гидроксида бериллия.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с электротермическим атомизатором.

Лампа для определения олова.

Аргон высокой чистоты по ГОСТ 10157.

Смесь аргона с 5 % водорода.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ГОСТ 14261.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ГОСТ 14262 и разбавленная 1:4.

Смесь соляной и азотной кислот (150 см^3 соляной кислоты и 50 см^3 азотной кислоты), готовят непосредственно перед использованием.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ГОСТ 24147 и разбавленный 1:100.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Бериллий азотнокислый, раствор 200 г/дм^3.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N_1, N′, N_1′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 100 г/дм^3.

Никель марки Н0 по ГОСТ 849.

Порошок никелевый марки ПНК-УТ1-УТ4 по ГОСТ 9722.

Олово марок ОВч 000, 01, 01пч по ГОСТ 860.

Стандартные растворы олова.

Раствор А: 0,1 г олова растворяют в 20 см^3 серной кислоты при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 серной кислотой 1:4, охлаждают, доливают до метки этим же раствором и перемешивают. 1 см^3 стандартного раствора А содержит 0,0001 г олова.

Раствор Б: 10 см^3 стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 доливают до метки серной кислотой 1:4 и перемешивают. 1 см^3 стандартного раствора Б содержит 0,00001 г олова.

Раствор В: 5 см^3 стандартного раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают до метки серной кислотой 1:4 и перемешивают. 1 см^3 стандартного раствора В содержит 0,000001 г олова.

Растворы Б и В готовят непосредственно перед использованием.

5.3. Проведение анализа

Таблица 3а

Массовая доля олова, %	Масса навески, г
От 0,0002 до 0,002 включ.	0,5
Св. 0,002 » 0,005 »	0,2
» 0,005 » 0,01 »	0,1

5.3.1. Массу навески сплава (табл. 3а) помещают в стакан или колбу вместимостью 250—300 см^3, приливают 20 см^3 смеси соляной и азотной кислот, 7 см^3 серной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом и растворяют навеску при нагревании. Раствор выпаривают до начала выделения паров серной кислоты, охлаждают.

Соли растворяют в 40—50 см^3 воды при нагревании, охлаждают. К раствору приливают 7—10 см^3 аммиака при перемешивании, 50 см^3 раствора трилона Б и кипятят раствор 10—15 мин. Добавляют 1 см^3 раствора бериллия азотнокислого, аммиак до выпадения осадка гидроксидов металлов и избыток 1—2 см^3. Раствор с осадком нагревают при 70 °С — 80 °С в течение 10 мин, не доводя его до кипения, и охлаждают в проточной воде или при температуре 15 °С — 20 °С в течение 1 ч. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности (белая лента) и промывают 5—7 раз горячим разбавленным аммиаком. Фильтрат отбрасывают. Осадок с фильтра смывают горячей водой в стакан или колбу, где проводилось осаждение гидроксидов металлов.

Фильтр промывают 15 см^3 азотной кислоты (1:1) и 2 раза горячей водой. Фильтр отбрасывают. Содержимое стакана выпаривают до влажных солей. Соли растворяют в 10 см^3 азотной кислоты (1:1) при нагревании под стеклом.

При анализе сплавов, содержащих титан и ниобий, соли растворяют в 10 см^3 азотной кислоты (1:1) и 10 см^3 пероксида водорода при нагревании под стеклом. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают водой до метки, перемешивают. Отбирают микропипеткой аликвотную часть раствора 20 мкдм^3, вводят ее в электротермический атомизатор и фиксируют величину поглощения излучения с помощью регистрирующего устройства. Для измерения отбирают не менее трех аликвотных частей раствора.

Массу олова находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

5.3.2. Подготовка прибора к измерению

Включение прибора, настройку спектрофотометра на резонансное излучение, регулировку блока управления, блока атомизации проводят согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

Условия определения олова:

- аналитическая линия (λ) — 286,3 нм;
- спектральная ширина щели — 0,2 нм;
- время высушивания при 120 °С — 30 с;
- время разложения при 1100 °С — 30 с;
- время атомизации при 2700 °С — 5 с.

Определение олова проводят в полном потоке инертного газа с отключением его на стадии атомизации.

5.3.3. Построение градуировочного графика

В семь стаканов или колб вместимостью 250—300 см^3 помещают по 0,5 г металлического никеля или порошка никелевого при массовой доле олова от 0,0002 % до 0,002 %, по 0,2 г металлического никеля или порошка никелевого при массовой доле олова свыше 0,002 % до 0,005 % или по 0,1 г металлического никеля или порошка никелевого при массовой доле олова свыше 0,005 %.

В шесть стаканов или колб приливают последовательно 1, 2, 4, 6, 8, 10 см^3 стандартного раствора В олова. Седьмой стакан или колба служит для проведения контрольного опыта. Во все стаканы или колбы приливают по 20 см^3 смеси соляной и азотной кислот, по 7 см^3 серной кислоты, накрывают стаканы или колбы часовыми стеклами и растворяют навески металлического никеля или порошка никелевого при нагревании.

Далее поступают, как указано в п. 5.3.1.

Из значения оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта. По найденным величинам оптической плотности и соответствующим им массам олова строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. 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 сплава, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать (при доверительной вероятности 0,95) допускаемых значений, указанных в табл. 3б.

Таблица 3б

Массовая доля олова, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0001 до 0,0002 включ.	0,0001
Св. 0,0002 » 0,0005 »	0,0002
» 0,0005 » 0,001 »	0,0005
» 0,001 » 0,002 »	0,001
» 0,002 » 0,005 »	0,002
» 0,005 » 0,01 »	0,003

Раздел 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.02.80 № 958

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 849—97	2.2, 5.2	ГОСТ 9722—97	2.2, 3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 860—75	2.2, 3.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 10157—79	3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 10652—73	2.2, 3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 10929—76	5.2
ГОСТ 3773—72	4.2	ГОСТ 11125—84	2.2, 3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 14261—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 4233—77	3.2	ГОСТ 14262—78	2.2, 3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 4328—77	3.2	ГОСТ 22180—76	4.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 24018.0—90	1.1
ГОСТ 4658—73	3.2, 4.2	ГОСТ 24147—80	2.2, 4.2
ГОСТ 9293—74	3.2, 4.2		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ИЗДАНИЕ (август 2004 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1985 г., декабре 1990 г. (ИУС 4—86, 3—91)

gost.e-ecolog.ru