Издание официальное

СССР Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 5637—56
	ОЛОВО Методы анализа	Взамен ГОСТ 5637—51
		Группа В59

Настоящий стандарт устанавливает методы определения примесей в металлическом олове всех марок, предусмотренных ГОСТ 860—60.

Разрешается применение и других методов определения. При этом результаты определений должны периодически проверяться методами, установленными настоящим стандартом, а расхождения не должны превышать приводимые в стандарте допустимые расхождения между результатами параллельных определений.

Арбитражные определения должны производиться только по методам, установленным настоящим стандартом.

I. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1. Отбор пробы и подготовка ее для анализа производятся согласно ГОСТ 860—60.

2. Все определения производят не менее чем из трех навесок. Среднее арифметическое результатов, полученных в пределах расхождений, указанных в разделе «Описание определения» для каждого элемента в отдельности является окончательным результатом. При получении результатов с расхождениями более допустимых проводят повторные определения.

3. Во всех случаях проведения анализа и приготовления растворов должна применяться дистиллированная вода по ГОСТ 6709—53 и реактивы по квалификации не ниже «ч. д. а.».

В тех случаях, когда нет утвержденного стандарта, реактивы перед применением проверяются на чистоту.

4. Выражение «разбавленный 1 : 1, 1 : 5, 1 : 10 и т. д.» подразумевает: первые цифры — объемные части кислоты или какого-либо раствора, вторые — объемные части воды.

5. Указание о концентрации растворов в процентах имеет в виду содержание граммов вещества в 100 *мл* раствора.

Внесен Министерством цветной металлургии СССР	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 12/VII 1956 г.	Срок введения 1/I 1957 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

II. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СУРЬМЫ

6. Применяемые реактивы:

Кислота серная по ГОСТ 4204—66 (уд. в. 1,8300—1,8350).

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 (уд. в. 1,174—1,1885), разбавленная 1 : 1 и 1 : 9.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—66, 10%-ный раствор.

Кристалл-фиолетовый 0,2%-ный водный свежеприготовленный раствор (0,05 *г* кристалл-фиолетового в 25 *мл* воды).

Толуол по ГОСТ 5789—51, отогнанный при температуре 111—112° С.

Мочевина по ГОСТ 6691—67, насыщенный раствор (100 *г* в 100 *мл* горячей воды).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—66.

Эталонный раствор сурьмы:

Раствор *А*. 0,1 *г* металлической сурьмы (взвешенной с точностью до 0,0002 *г*) растворяют при сильном нагревании в 5 *мл* серной кислоты. По охлаждении приливают 50 *мл* соляной кислоты, разбавленной 1 : 9, и нагревают до растворения солей. Затем охлаждают, переносят в мерную колбу емкостью 100 *мл* и разбавляют до метки соляной кислотой, разбавленной 1 : 9. Раствор *А* содержит 1 *мг* сурьмы в 1 *мл*.

Раствор *Б*. 5 *мл* раствора *А* переносят в мерную колбу емкостью 500 *мл* и доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1.1. 1 *мл* такого раствора содержит 0,01 *мг* сурьмы.

7. Описание определения.

0,1 *г* олова (взвешивают с точностью до 0,0002 *г*) растворяют при сильном нагревании в 1 *мл* серной кислоты в стакане емкостью 50 *мл*. После охлаждения приливают 10 *мл* соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и нагревают до растворения солей.

Для олова марок О1 и О2 дальнейшее определение сурьмы проводят из всей навески.

Для олова марок О3 и О4 к раствору прибавляют 1 *г* хлористого натрия, переносят раствор в мерную колбу емкостью 50 *мл*, разбавляют до метки кислотой, разбавленной 1 : 1 и отбирают аликвотную часть, содержащую 0,05 *мг* сурьмы.

К солянокислому раствору прибавляют пипеткой 1 *мл* 10%-ного раствора азотистокислого натрия и оставляют в покое на 5 *мин*. При этом раствор желтеет. Затем разбавляют раствор равным объемом воды, приливают 0,5 *мл* насыщенного раствора мочевины и перемешивают. Переносят раствор в делительную воронку емкостью 100 *мл* так, чтобы общий объем был 40 *мл* и кислотность раствора не выше, чем 1 : 8. Прибавляют 10 капель 0,2%-ного раствора кристалл-фиолетового, перемешивают и приливают 10 *мл* толуола. Встряхивают в течение 30 *сек*, толуол при этом окрашивается в синий цвет с фиолетовым оттенком. Водный раствор сли-

вают в другую делительную воронку и повторяют извлечение с 10 *мл* толуола. Обе порции толуола сливают вместе.

Шкала стандартов: в стаканы емкостью 50 *мл* приливают пипеткой эталонный раствор с содержанием сурьмы 0,01 *мг/мл* в количестве 0,6; 0,8; 1,0 и 1,2 *мл*. Туда же приливают по 10 *мл* соляной кислоты разбавленной 1 : 1, по 1 *мл* 10%-ного раствора азотистокислого натрия и оставляют в покое на 5 *мин*. Затем разбавляют 10 *мл* воды, приливают 0,5 *мл* насыщенного раствора мочевины и переносят в делительную воронку, доводя объем до 40 *мл*. Приливают 10 капель 0,2%-ного раствора кристалл-фиолетового и дважды экстрагируют сурьму порциями по 10 *мл* толуола, как описано при анализе пробы. Получаемая шкала соответствует содержанию сурьмы 0,006%, 0,008%, 0,010% и 0,012% при навеске 0,1 *г*.

Интенсивность окрашенных растворов сравнивают визуально со шкалой эталонов или пользуются фотоколориметром для измерения оптической плотности этих растворов.

Предел допустимых расхождений между параллельными определениями двадцать относительных процентов для олова марок О1, О2, О3 и О4.

III. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВИСМУТА

8. Применяемые реактивы и растворы:

Смесь кислот, приготовленная перед применением (один объем азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты).

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67 (уд. в. 1,372—1,405), разбавленная 1 : 2.

Кислота винная по ГОСТ 5817—55. Раствор, содержащий 50 *г* винной кислоты в 100 *мл* раствора.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, разбавленный 1 : 1.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236—67. Раствор, содержащий 1 *мг* свинца в 1 *мл*.

Натрий сернистый по ГОСТ 2053—66, 2%-ный раствор.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 429—66, 0,5%-ный раствор.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—52, 5%-ный раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—65, 10%-ный раствор.

Крахмал, 0,5%-ный раствор свежеприготовленный.

Эталонный раствор висмута:

Раствор *А*. 0,1 *г* металлического висмута растворяют в нескольких миллилитрах азотной кислоты. Раствор переводят в мерную колбу емкостью 1 *л*, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

1 *мл* раствора *А* содержит 0,1 *мг* висмута.

Раствор *Б*. 20 *мл* раствора *А* переводят в мерную колбу емкостью 100 *мл*, доводят водой объем раствора до метки и перемешивают. 1 *мл* раствора *Б* содержит 0,02 *мг* висмута.

Раствор *Б* необходимо готовить в день употребления.

9. Описание определения

1 *г* олова марки О1 и 0,5 *г* — марок О2, О3, О4 помещают в стакан емкостью 100 *мл* и растворяют при умеренном нагревании в 10 *мл* смеси кислот, приготовленной перед применением. По окончании растворения раствор кипятят 2—3 *мин*, после чего нагревание прекращают. Приливают к раствору 20 *мл* раствора винной кислоты, 2 *мл* раствора свинца, содержащего 1 *мг* свинца в 1 *мл*, нейтрализуют раствор по лакмусовой бумаге аммиаком, разбавленным 1 : 1, добавляют его избыток в 5 *мл* и доводят объем раствора водой до 80—100 *мл*.

К раствору приливают по каплям 2%-ный раствор сернистого натрия до прекращения выделения темного осадка, после чего слабо нагревают раствор и энергично перемешивают палочкой для коагуляции осадка. После укрупнения осадка к осветленному раствору добавляют еще несколько капель раствора сернистого натрия для проверки полноты осаждения. Дают осадку отстояться в течение 10—15 *мин*, после чего фильтруют и промывают на фильтре 7—8 раз 0,5%-ным раствором сернистокислого натрия. Осадок вместе с фильтром переносят в стакан и растворяют при нагревании в 15 *мл* азотной кислоты (1 : 2), разбивая фильтр на мелкие кусочки. Раствор отфильтровывают, промывают фильтр водой и переводят раствор в цилиндр для колориметрирования емкостью 50 *мл*, смывая стакан водой (объем раствора не должен превышать 25 *мл*). Далее к раствору в цилиндре приливают 2 *мл* 10%-ного раствора йодистого калия, 1 *мл* 5%-ного раствора тиомочевины и несколько капель крахмала; если появляется синее окрашивание, обусловленное наличием в растворе свободного йода, то добавляют еще раствор тиомочевины до исчезновения синей окраски.

Оптическая плотность раствора измеряется на фотоколориметре или фотометре.

Допускается метод колориметрического титрования, для чего во второй цилиндр приливают 15 *мл* азотной кислоты (1 : 2), 10 *мл* воды и все другие реактивы, которые содержатся в цилиндре с испытуемым раствором, после чего приливают из микробюретки эталонный раствор висмута, содержащий 0,02 *мг* висмута в 1 *мл*, до уравнивания интенсивности окрашивания растворов в обоих цилиндрах. При окончательном сравнении окрасок объемы растворов в цилиндрах уравнивают водой. Наблюдение окрасок производят вдоль оси цилиндра. Содержание висмута в процентах вычисляют по формуле:

$$Bi = \frac{V \cdot 0{,}00002 \cdot 100}{G},$$

где: V — объем эталонного раствора висмута, пошедшего на уравнивание интенсивности окрашивания, в *мл*;

0,00002 — содержание висмута в 1 *мл* эталонного раствора в *г*;
G — навеска олова в *г*.

Пределы допустимых расхождений между параллельными определениями для олова марки О1 — двадцать относительных процентов, для олова марки О2, О3, О4 — десять относительных процентов.

IV. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЫШЬЯКА

10. Применяемые реактивы и растворы:

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 уд. в. 1,174—1,1885, разбавленная 1 : 1.

Перекись водорода (пергидроль) по ГОСТ 177—55, 30%-ный раствор.

Медь сернокислая, 1%-ный раствор в соляной кислоте (1 : 1).

Кальций (натрий) гипофосфит, 30%-ный раствор в соляной кислоте (1 : 1). Раствор готовят в день применения.

Эталонный раствор мышьяка:

0,1320 *г* мышьяковистого ангидрида растворяют в 5 *мл* 10%-ного раствора едкого натра. Раствор переводят в мерную колбу емкостью 1 *л*, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

1 *мл* полученного раствора содержит 0,1 *мг* мышьяка.

11. Описание определения

0,5 *г* олова марки О1, О2 и 0,2 *г* олова марки О3, О4 растворяют при слабом нагревании и непрерывном перемешивании в 5 *мл* соляной кислоты на водяной бане в стакане емкостью 50 *мл*, одновременно добавляя в процессе растворения по каплям перекись водорода.

Полученный раствор переводят в цилиндр для колориметрирования емкостью 30—40 *мл*, смывая стакан соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, и доводят объем раствора той же кислотой до 10 *мл*.

В раствор вводят 2 *мл* раствора сернокислой меди и 8—10 *мл* свежеприготовленного раствора гипофосфита кальция. Цилиндр погружают в кипящую воду и выдерживают в этих условиях 20 *мин*, затем дают раствору охладиться и производят сравнение окраски испытуемого раствора со шкалой эталонных растворов, которую приготовляют одновременно с испытуемым раствором. Для приготовления шкалы в ряд цилиндров вводят последовательно от 0,1 до 1,0 *мл* эталонного раствора мышьяка, содержащего 0,1 *мг* мышьяка в 1 *мл*, с интервалом в 0,1 *мл*, а затем добавляют те же реактивы и в тех же количествах, что и в испытуемый раствор; в дальнейшем поступают так же, как указано при подготовке испытуемого раствора.

Содержание мышьяка в процентах вычисляют по формуле:

$$\text{As} = \frac{V \cdot 0{,}0001 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем эталонного раствора мышьяка, введенного в пробирку шкалы и равную по интенсивности окрашивания с окраской испытуемого раствора, в *мл*;

0,0001 — содержание мышьяка в 1 *мл* эталонного раствора в *г*;

G — навеска олова в *г*.

Пределы допустимых расхождений между параллельными определениями при анализе олова марок О1 и О2 двадцать относительных процентов и при анализе олова марок О3 и О4 десять относительных процентов.

V. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ

12. Применяемые реактивы и растворы:

Смесь кислот, приготовленная перед применением смешением одного объема азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 (уд. в. 1,174—1,1885).

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, разбавленный 1 : 1 и 1 : 100.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—60.

Желатина, 1%-ный раствор.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207—65, 3%-ный раствор.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—48.

Перекись водорода (пергидроль) по ГОСТ 177—55, 3%-ный раствор, или соляная кислота, насыщенная бромом.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—48, 1%-ный раствор.

Эталонный раствор меди.

Раствор *А*. 0,1 *г* меди марки М0 или М1 (взвешенной с точностью до 0,0002 *г*) помещают в стакан емкостью 100 *мл*, растворяют в 10 *мл* азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, добавляют 10 *мл* серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выпаривают до начала обильного выделения белых паров. По охлаждении прибавляют 5 *мл* воды и повторяют выпаривание, затем добавляют 50 *мл* воды и переносят раствор в мерную колбу емкостью 1 *л*. Охлаждают и разбавляют водой до метки.

Раствор *Б*. 100 *мл* раствора *А* переносят в мерную колбу емкостью 500 *мл* и разбавляют водой до метки. 1 *мл* раствора *Б* содержит 0,02 *мг* меди.

Примечание. При отсутствии металлической меди можно применять сернокислую медь (не выветрившиеся кристаллы).

Раствор *А*. 0,39 *г* сернокислой меди растворяют в небольшом объеме воды, прибавляют 10 *мл* серной кислоты, разбавленной 1 : 1, переносят раствор в мерную колбу емкостью 1 *л* и разбавляют водой до метки.

Раствор *Б*. 100 *мл* раствора *А* переносят в мерную колбу емкостью 500 *мл* и разбавляют водой до метки. 1 *мл* раствора *Б* содержит 0,02 *мг* меди.

13. Описание определения

1 *г* олова марки О1, 0,4 *г* олова марки О2 и 0,1 *г* олова марок О3 и О4 (взвешенные с точностью до 0,0005 *г*) помещают в фарфоровую чашку емкостью 40—100 *мл*, приливают 10—15 *мл* смеси кислот. Затем слабо нагревают (100°С) до растворения олова. Раствор выпаривают почти досуха, приливают 5 *мл* соляной кислоты, одну каплю перекиси водорода или 0,5 *мл* соляной кислоты, насыщенной бромом, снова выпаривают досуха и так повторяют несколько раз до полного удаления четыреххлористого олова, что видно по отсутствию выделения густых паров. К сухому остатку приливают 0,5 *мл* соляной кислоты, 10 *мл* воды и 2 *мл* 1%-ного раствора железоаммонийных квасцов. После прибавления 1 *г* хлористого аммония к раствору прибавляют раствор аммиака, разбавленный 1 : 1, до нейтрализации и затем избыток в несколько капель, нагревают до коагуляции осадка гидроокиси железа, отфильтровывают осадок и растворяют его в минимальном количестве соляной кислоты, вновь осаждают гидроокись железа аммиаком, фильтруют и промывают 3—4 раза горячим раствором аммиака, разбавленного 1 : 100. Объединенные фильтраты и промывные воды собирают в стакан емкостью 50 *мл* и выпаривают до объема 8—9 *мл*, охлаждают, приливают 0,5 *мл* раствора желатины, переливают в цилиндр из бесцветного стекла емкостью 30—50 *мл*, приливают 3—5 капель раствора железистосинеродистого калия, разбавляют объем до 100 *мл* и тщательно перемешивают. Если происходит слишком интенсивное окрашивание (розовый цвет), то раствор разбавляют до 20—50 *мл*.

Эталонный раствор для сравнения окраски готовят следующим образом: в стакан емкостью более 50 *мл* наливают 10 *мл* воды, 0,5 *мл* соляной кислоты и 2 *мл* 1%-ного раствора железоаммонийных квасцов.

После прибавления 1 *г* хлористого аммония раствор нейтрализуют разбавленным аммиаком, нагревают до коагуляции осадка, отфильтровывают его и выпаривают фильтрат, как изложено выше, до объема 8—9 *мл*. Раствор охлаждают, приливают 0,5 *мл* раствора желатины и переливают в цилиндр из бесцветного стекла, равный по емкости и одинаковый по форме с тем, в котором находится испытуемый раствор. Раствор в цилиндре разбавляют до объема 15 *мл*, приливают 3—5 капель 3%-ного раствора железистосинеродистого калия, а затем из микробюретки эталонного

раствора меди (раствор *Б*) до тех пор, пока окраска эталона не станет одинаковой по интенсивности с окраской испытуемого раствора.

Эталонный раствор доводят водой до такого же объема, как и испытуемый раствор.

Содержание меди в процентах вычисляют по формуле:

$$Cu = \frac{V \cdot 0{,}00002 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем эталонного раствора меди, пошедшего на уравнивание интенсивности окрашивания растворов, в *мл*;

0,00002 — содержание меди в 1 *мл* эталонного раствора в *г*;

G — навеска олова в *г*.

Предел допустимых расхождений между параллельными определениями при анализе олова марки О1 — двадцать относительных процентов, а при анализе олова марок О2, О3 и О4 — десять относительных процентов.

VI. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СВИНЦА

14. Применяемые реактивы и растворы:

Смесь кислот, приготовленная (перед применением) смешением одного объема азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты.

Медь азотнокислая по ГОСТ 4163—48, 5%-ный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67 (уд. в. 1,372—1,405), разбавленная 1 : 1.

Натр едкий по ГОСТ 4328—66, 10%-ный раствор.

Натрий сернистый по ГОСТ 2053—66, 2%-ный раствор.

Винная кислота по ГОСТ 5817—55, 50%-ный раствор.

Промывная жидкость, содержащая 0,5 *г* сернистого натрия и 0,5 *г* сернистокислого натрия в 100 *мл* воды.

15. Описание определения

30 *г* олова марки О1 помещают в высокий стакан емкостью 500 *мл*, заливают 80 *мл* свежеприготовленной смесью кислот, закрывают стеклом и на холоду растворяют основную массу металла.

После прекращения бурного растворения в стакан приливают еще 30 *мл* смеси кислот и выпаривают до объема 10 *мл*.

3 *г* олова — марки О2, 1 *г* — марки О3 и 0,5 *г* — марки О4 помещают в высокие стаканы емкостью 200 *мл*, приливают, соответственно навеске, 30, 20, 10 *мл* смеси кислот, приготовленной перед применением, закрывают стеклом и на холоду растворяют основную массу металла, заканчивают растворение при нагревании. Растворы олова марок О3, О4 выпаривают до 10 *мл*. В стакан приливают 2 *мл* раствора меди и винной кислоты, 50 *мл* при анализе марки О1 или 20 *мл* при анализе олова остальных марок до-

водят объем раствора водой до 150 *мл*. К раствору приливают раствор едкого натра до щелочной реакции по лакмусовой бумаге и по каплям раствора сернистого натрия до прекращения выделения черного осадка, после чего раствор нагревают до температуры 70—80° С при энергичном перемешивании стеклянной палочкой до коагуляции осадка.

К осветленному раствору приливают еще несколько капель раствора сернистого натрия для проверки полноты осаждения. Дают осадку отстояться в течение 10—15 *мин* и отфильтровывают осадок. Не промывая, вместе с фильтром, переносят в стакан, где велось осаждение, растворяют при нагревании в 20 *мл* азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и разбавляют водой до 60 *мл*. Не отфильтровывая волокон фильтра, к раствору приливают 5 *мл* раствора винной кислоты, раствор едкого натра до щелочной реакции по лакмусовой бумаге нагревают и приливают 3—5 *мл* раствора сернистого натрия, как и при первом осаждении дают отстояться 10—15 *мин*. Осадок отфильтровывают, тщательно промывают промывной жидкостью, переносят вместе с фильтром в стакан, где велось осаждение, и растворяют в 10 *мл* азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и 15 *мл* воды, фильтруют и тщательно промывают горячей водой. Доводят объем раствора водой до 150 *мл*, нагревают до температуры 90° С и в течение 30—40 *мин* подвергают электролизу с применением сетчатых электродов, при силе тока в 2,5 *а* и напряжении 2,5 —3 *в*. Не прерывая тока, быстро промывают электроды дистиллированной водой, сушат при температуре 180—190° С в течение 10 *мин*, охлаждают и взвешивают.

Содержание свинца в процентах вычисляют по формуле:

$$Pb = \frac{G_1 \cdot 0{,}866 \cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — привес на аноде в *г*;

0,866 — коэффициент пересчета PbO_2 на Pb;

G — навеска олова в *г*.

Предел допустимых расхождений между параллельными определениями при анализе олова марок О1, О2 — десять относительных процентов, при анализе олова марок О3, О4 — пять относительных процентов.

Примечание. Если содержание свинца превышает установленное ГОСТ 860—60 осадок окиси свинца следует проверить на содержание висмута и внести соответствующую поправку.

VII. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА

16. Применяемые реактивы и растворы:

Натрий серноватистокислый по ГОСТ 4215—66, 3%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 (уд. в. 1,174—1,1885) и разбавленная 1 : 10.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—51.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, разбавленный 2 : 1.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—48.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—51, 10%-ный раствор.

Перекись водорода (пергидроль) по ГОСТ 177—55, 5%-ный раствор.

Эталонный раствор железа.

0,43 *г* железоаммонийных квасцов растворяют в 1 *л* соляной кислоты, разбавленной 1 : 10. Эталонный раствор содержит железо 0,05 *мг* в 1 *мл*.

17. Описание определения

0,5 *г* олова марок О1 и О2 и 0,25 *г* олова марок О3 и О4 (взвешенные с точностью 0,0005 *г*) помещают в стакан емкостью 100—150 *мл*. Приливают 10 *мл* соляной кислоты, несколько капель перекиси водорода; накрывают стакан часовым стеклом и нагревают (при 40—50° С) до полного растворения металла. Разбавляют раствор водой до объема 35—40 *мл*, нагревают до кипения и к кипящему раствору приливают 10 *мл* 3%-ного раствора серноватистокислого натрия. Раствор кипятят до коагуляции осадка, который затем отфильтровывают через фильтр из бумажной массы и промывают 3—4 раза соляной кислотой, разбавленной 1 : 10.

Раствор нагревают до кипения и прибавляют 5 капель перекиси водорода. Появляющаяся при этом муть исчезает при дальнейшем кипячении, в противном случае добавляют еще 1—2 капли перекиси водорода.

Примечание. Раствор должен содержать небольшой избыток перекиси водорода, чтобы полностью разрушить серноватистокислый натрий и окислить олово до четырехвалентного.

Избыток перекиси удаляют кипячением в течение 10—15 *мин*. По охлаждении добавляют 5 *г* лимонной кислоты и раствора аммиака, разбавленного 2 : 1, до щелочной реакции по лакмусовой бумаге и затем избыток аммиака 7 *мл*. Раствор переносят в цилиндр для колориметрирования емкостью 50 или 100 *мл* (в зависимости от содержания железа), добавляют 12,5 или 25 *мл* раствора сульфосалициловой кислоты в соответствии с навеской и тщательно перемешивают. Оптическая плотность раствора измеряется на фотоколориметре или фотометре и концентрация железа определяется по градуировочной кривой.

Допускается метод колориметрического титрования, для чего параллельно с анализом проб приготовляют эталон для сравнения окрашивания и производят те же операции с теми же количествами реактивов, которые применяются в ходе анализа, только без навески олова.

Приготовленный таким образом раствор переводят в цилиндр, равный по емкости и одинаковый по форме с тем, в котором находится испытуемый раствор.

Из микробюретки добавляют малыми порциями эталонный раствор железа, пока интенсивность окрашивания эталона не сравняется по интенсивности с окрашиванием испытуемого раствора. Объемы обоих растворов выравнивают добавлением воды.

Содержание железа в процентах вычисляют по формуле:

$$Fe = \frac{V \cdot 0{,}00005 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем эталонного раствора железа, пошедшего на уравнивание интенсивности окрашивания, в *мл*;

0,00005 — содержание железа в 1 *мл* эталонного раствора в *г*;

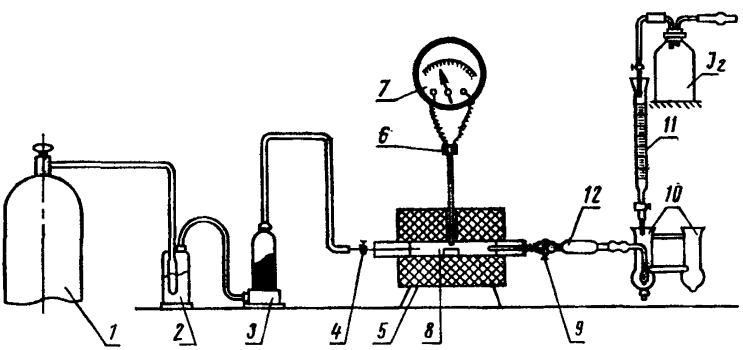
G — навеска олова в *г*.

Предел допустимых расхождений между параллельными определениями при анализе олова марок О1 и О2 — двадцать относительных процентов, при анализе олова марок О3 и О4 — десять относительных процентов.

VIII. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ

18. Применяемые приборы, реактивы и растворы:

Установка для выполнения определения (черт. 1).



Черт. 1

Баллон с кислородом *1*, снабженный редукционным вентилем для регулирования скорости поступления кислорода в печь.

Поглотители для очищения кислорода, поступающего в печь. Система состоит из следующих сосудов: склянки *2*, содержащей

4%-ный раствор марганцовокислого калия в 40%-ном растворе едкого калия; колонки *3* для осушения кислорода, содержащей в нижней части сухой хлористый кальций, затем слой стеклянной или обыкновенной ваты и в верхней части — сухой едкий натр или сухой едкий калий.

Трехходовой кран *4*, дающий возможность направлять кислород, прошедший очистку, в печь или выпускать его в атмосферу и дополнительно регулировать скорость пропускания кислорода.

Горизонтальная электрическая трубчатая печь *5*, допускающая нагревание до температуры 1200° С. Печь должна быть снабжена реостатом и амперметром.

Термоэлектрический пирометр для измерения температуры внутри печи, состоящий из платино-платинородиевой термопары *6* и гальванометра *7*.

Фарфоровая наглазурованная трубка *8*, внутренний диаметр 15—20 *мм*. Длина трубки должна быть такой, чтобы концы ее выступали из печи не менее чем на 180—200 *мм*. Трубка перед применением должна быть прокалена при температуре 800—900° С в атмосфере кислорода.

Фарфоровые неглазурованные лодочки длиной 70—130 *мм*, шириной 7—12 *мм* и высотой 5—10 *мм*. Лодочки должны быть подготовлены для работы прокаливанием при температуре 800—900° С в атмосфере кислорода в течение 10 *мин*. Полнота выжигания серы и ее соединений из лодочек контролируется путем пропускания газообразных продуктов из печи через раствор крахмала, содержащего 1—2 капли раствора йода. Конец сжигания серы определяют по прекращению обесцвечивания йодокрахмального раствора.

Пылеуловитель *9*, наполненный стеклянной ватой.

Поглотительный аппарат *10*, состоящий из двух равных сосудов, соединенных стеклянными перемычками. Левый сосуд является собственно поглотительным, в нижней его части имеется кран для слива по окончании анализа оттитрованной поглотительной жидкости. В правый сосуд наливается жидкость, служащая для контроля (черт. 2).

Бюретка *11* емкостью 25 *мл*.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—65, 5%-ный раствор. Йод металлический по ГОСТ 4159—64.

0,002 н раствор йода: 0,254 *г* йода растворяют в 50 *мл* 5%-ного раствора йодистого калия и разбавляют водой до 1 *л*.

Нормаль меди СО № 71а.

Раствор сохраняют в склянке из темного стекла.

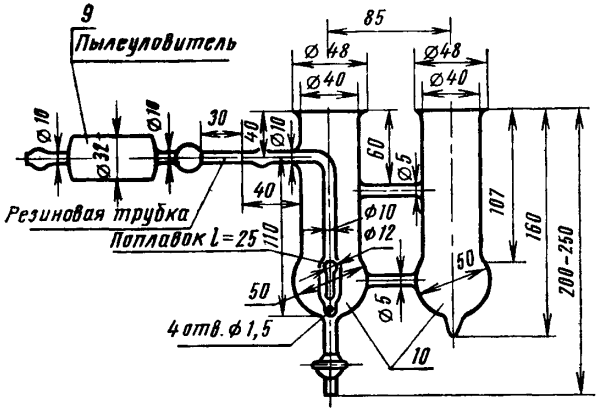
Титр раствора йода по сере устанавливают по нормали меди СО № 71а, причем сжигание меди производят при температуре 1200° С.

Калий едкий по ГОСТ 4203—65 или натр едкий по ГОСТ 4328—66.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—65.

Крахмал, 1%-ный раствор (применяют свежеприготовленный раствор).

Перед проведением анализа вся установка должна быть проверена на герметичность при температуре 800—900° С, для чего соединяют весь прибор с баллоном, открывают трехходовой кран *4*



Черт. 2

на воздух, осторожно открывают баллон и пропускают кислород со скоростью 20—30 пузырьков в 1 *мин*. Переключают кран *4* так, чтобы кислород поступал в печь, закрывают зажим *9*. Через 2—3 *мин* должно прекратиться выделение пузырьков в очистительной склянке *2*, выжидают еще 5—7 *мин* и, если пузырьки больше не выделяются, установку считают герметичной.

19. Описание определения

2 *г* мелкой стружки олова марок О1 и О2 или 1 *г* олова марки О3, О4 взвешивают с точностью 0,001 *г*.

Взвешивание навесок производится в фарфоровой лодочке, предварительно прокаленной в токе кислорода.

Собирают всю установку, как показано на черт. 1, а затем трубку для сжигания проверяют в отношении наличия летучих восстановительных веществ. Для этого в оба сосуда поглотительного аппарата наливают по 50 *мл* воды и по 10 *мл* 1%-ного раствора крахмала, приливают из бюретки в оба сосуда несколько капель раствора йода до голубого окрашивания, нагревают печь до температуры 1200—1300° С и пропускают ток кислорода.

Если через 4—5 *мин* окрашивание раствора в поглотительном сосуде исчезает, то это показывает на выделение из трубки восстановительных газообразных веществ, реагирующих с йодом. В этом случае, не прекращая тока кислорода, приливают к раствору еще несколько капель раствора йода до тех пор, пока голубое окрашивание в растворе не перестанет бледнеть и останется одинаковым по интенсивности с окраской раствора в другом сосуде.

После этого вынимают пробку, закрывающую трубку (со стороны баллона с кислородом), и при помощи длинного проволочного крючка ставят лодочку с навеской образца в трубку для сжигания в наиболее нагретую зону печи. Трубку немедленно закрывают пробкой и производят сжигание образца. Когда начинается сжигание, ток кислорода должен быть достаточно быстрым, чтобы предотвратить образование вакуума в печи.

После того, как поступающие из печи в поглотительный сосуд газы начинают обесцвечивать раствор йода в нижней части сосуда *10*, приливают раствор йода с такой скоростью, чтобы голубое окрашивание раствора не исчезало во время сжигания.

В процессе сжигания скорость прохождения газа через поглотительный раствор уменьшается, приливание раствора йода замедляют и прекращают тогда, когда голубое окрашивание раствора будет оставаться постоянным и одинаковым по интенсивности с окрашиванием раствора в правом сосуде. После этого пропускают кислород еще в течение 1 *мин* и если окраска раствора не исчезнет, то сжигание считают законченным.

Содержание серы в процентах вычисляют по формуле:

$$S = \frac{V \cdot T \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем раствора йода, израсходованного на титрование раствора, в *мл*;

T — титр раствора йода, выраженный в *г* серы;

G — навеска олова в *г*.

Предел допустимых расхождений между параллельными определениями при анализе олова марок О1 и О2 — двадцать относительных процентов, при анализе олова марок О3 и О4 — десять относительных процентов.

IX. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ

20. Применяемые реактивы, растворы и аппаратура:

Смесь кислот, приготовляется перед употреблением смешением одного объема азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты.

Соляная кислота по ГОСТ 3118—17 (уд. в. 1,174—1,1885), разбавленная 1 : 1и 0,1 н раствор (уд. в. 1,12).

Перекись водорода (пергидроль) по ГОСТ 177—55.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66 (уд. в. 1,8300—1,8350), разбавленная 1 : 1.

«Подкисленная вода» (в литр дистиллированной воды приливают 0,6 *мл* соляной кислоты уд. в. 1,12).

Алюминий по ГОСТ 11070—64.

Ртуть металлическая по ГОСТ 4658—49, марки Р2.

Аскорбиновая кислота, 5%-ный раствор, приготовляется перед применением.

«Стильбазо», 0,01%-ный раствор, приготовляется перед применением.

Ацетатная буферная смесь (смесь 29 *мл* 0,2 м раствора уксусной кислоты с 171 *мл* 0,2 м раствора уксуснокислого натрия pH = 5,4).

Железосинеродистый калий по ГОСТ 4206—65 2%-ный раствор.

Эталонный раствор алюминия:

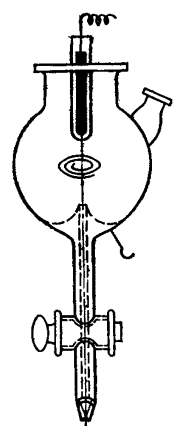
Раствор *А*. 0,1 *г* чистого металлического алюминия растворяют в 6 *мл* соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Раствор переводят в мерную колбу емкостью 1 *л* и разбавляют дистиллированной водой до метки. 1 *мл* раствора *А* содержит 0,1 *мг* алюминия.

Раствор *Б*. 5 *мл* раствора *А* переносят в мерную колбу на 100 *мл* и разбавляют водой до метки. 1 *мл* раствора *Б* содержит 0,005 *мг* алюминия.

Установка для электролиза с ртутным катодом (источник постоянного тока, платиновая проволока, амперметр, вольтметр, электролизер).

Электролизер представляет собой капельную воронку емкостью 50—100 *мл*, в которую впаяна предохранительная трубка со стеклянным краном, вдающаяся внутрь воронки приблизительно на 2 *см* (черт. 3), и платиновый контакт, который соединяют с отрицательным полюсом батареи.

Анодом служит свернутая спиралью платиновая проволока, которую соединяют с положительным полюсом.



Черт. 3

Ртуть наливают на 1—2 *мл* ниже уровня предохранительной трубки. Диаметр сосуда на уровне поверхности ртути равен 5 *см*. При этих размерах вес налитой ртути равен приблизительно 200 *г*. Во время электролиза анод приближают возможно ближе к поверхности ртутного катода, избегая контакта с катодом.

Ртуть рекомендуется медленно перемешивать посредством мешалки, которая вводится через верхнее отверстие электролизера.

21. Описание определения

3 *г* олова помещают в фарфоровую чашку емкостью 100 *мл*, приливают смеси кислот в количестве 25 *мл* и при слабом нагревании доводят до полного растворения. Раствор выпаривают почти досуха. Приливают 5 *мл* соляной кислоты, одну каплю перекиси водорода и вновь выпаривают досуха. Выпаривание с соляной кислотой повторяют до удаления четыреххлористого олова, что видно по отсутствию густых белых паров после прибавления соляной кислоты с одной каплей перекиси водорода.

После этого прибавляют 1 *мл* серной кислоты, разбавленной 1 : 1, выпаривают на электрической плитке с умеренным нагревом до появления белых паров. Охлаждают, осторожно приливают 10 *мл* воды, перемешивают и переносят в электролизер через боковое верхнее отверстие, тщательно промывают фарфоровую чашку и присоединяют промывные воды к раствору. Раствор, объем которого не превышает 50 *мл*, подвергают электролизу при силе тока 5—6 *а* и напряжении 6—7 *в*.

Электролиз продолжают 45—60 *мин*, пока из раствора не будет полностью удалено железо, что проверяют при помощи капельной реакции с 2%-ным свежеприготовленным раствором железосинеродистого калия, проводимой на фарфоровой пластинке или на фильтре. Не прерывая тока, сливают раствор в воронку с фильтром и фильтруют в стакан.

Ртуть промывают в приборе 2—3 раза водой и присоединяют промывные воды к основному раствору. Во всех случаях промывания, за исключением последнего, над ртутью оставляют слой жидкости в 2—3 *мл* для обеспечения контакта с анодом. Последнюю промывную воду удаляют полностью. Раствор переводят в ту же фарфоровую чашку и выпаривают досуха, приливают 2—3 *мл* 0,1 н соляной кислоты и вновь выпаривают.

Операцию повторяют два раза; затем добавляют 1 *мл* 0,1 н соляной кислоты, обмывают стенки чашки водой и отфильтровывают раствор в мерную колбу на 10 *мл*.

Раствор разбавляют дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Для колориметрирования берут аликвотную часть раствора (0,5—1 *мл*), содержащую не более 0,005 *мг* алюминия, и переводят в небольшой цилиндр для колориметрирования.

«Подкисленной водой» доводят объем до 2,0 *мл* и затем прибавляют 0,15 *мл* 5%-ной аскорбиновой кислоты, 0,5 *мл* 0,01%-ного раствора «Стильбазо» и 3,0 *мл* буферной смеси с pH = 5,4.

В другой цилиндр вводят около 1—1,5 *мл* «подкисленной воды», прибавляют такие же количества аскорбиновой кислоты, «Стильбазо» и буферной смеси и после этого титруют из микробюретки

стандартным раствором *Б* до уравнивания интенсивности окрашивания.

Если необходимо, уравнивают объемы прибавлением «подкисленной воды».

Титрование ведут со скоростью около двух капель в минуту в начале и одной капли (~0,03 *мл*) в минуту в конце титрования.

Содержание алюминия в процентах вычисляют по формуле:

$$Al = \frac{T \cdot V \cdot 100}{G},$$

где:

T — титр стандартного раствора алюминия;

V — объем стандартного раствора, пошедшего на титрование, в *мл*;

G — навеска аликвотной части раствора, выраженная в *г*.

X. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЦИНКА

22. Применяемые реактивы, растворы и аппаратура:

Смесь кислот, приготовленная перед применением смешением одной части азотной кислоты с тремя частями соляной кислоты.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67 (уд. в. 1,372—1,405) и разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 (уд. в. 1,174—1,1885).

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—60.

Перекись водорода (пергидроль) по ГОСТ 177—55, 30%-ный раствор.

Цинк по ГОСТ 3640—65, марки ЦВ и ЦО.

Эталонный раствор цинка:

1 *г* цинка растворяют при нагревании в 10 *мл* азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, в конической колбе емкостью 100—150 *мл*. Раствор выпаривают почти досуха, прибавляют 7—10 *мл* соляной кислоты и снова выпаривают; эту операцию повторяют 2—3 раза, после чего прибавляют 60 *мл* соляной кислоты, переносят раствор в мерную колбу емкостью 1 *л*, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. 1 *мл* раствора содержит 1 *мг* цинка.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195—66.

Столярный клей, 1%-ный раствор.

Ртуть металлическая по ГОСТ 4658—49, очищенная, не содержащая влаги, марки Р2.

Проявитель метол-гидрохиноновый.

Натрий серноватистокислый по ГОСТ 4215—66, 20%-ный раствор.

Фотобумага нормальная (не контрастная) размером 18×24 или 9×12 *см*.

Полярограф с зеркальным гальванометром и всеми необходимыми принадлежностями.

Установка для получения водорода.

23. Описание определения

10 *г* олова (для всех марок) помещают в фарфоровую чашку и растворяют на холоду в 50 *мл* свежеприготовленной смеси кислот. После растворения олова раствор выпаривают почти досуха. К остатку приливают 5 *мл* соляной кислоты, 1—2 капли перекиси водорода и выпаривают досуха. Выпаривание повторяют до полного удаления олова.

Сухой остаток смачивают 5—7 *мл* соляной кислоты, края чашки обмывают 10 *мл* горячей воды, нагревают раствор до растворения солей, к раствору прибавляют 2 *г* хлористого аммония.

Раствор из чашки переносят в мерную колбу емкостью 50 *мл*, смывая чашку небольшим количеством воды, нейтрализуют раствор аммиаком до слабощелочной реакции, затем прибавляют 5 *мл* избытка аммиака и доводят дистиллированной водой до метки. Перемешав раствор, переносят около 20 *мл* раствора в стакан и добавляют несколько кристаллов сернистокислого натрия и 2 капли клея. Дают постоять раствору 5 *мин* и снимают полярограмму, подобрав соответствующую чувствительность гальванометра.

Для приготовления эталонного раствора берут при помощи микробюретки 0,5 и 1 *мл* эталонного раствора в мерную колбу емкостью 50 *мл*, добавляют 5 *мл* соляной кислоты, 2 *г* хлористого аммония, аммиака до слабого запаха и затем 5 *мл* избытка.

Растворы будут соответствовать 10 *мг* цинка в 1 *л* и 20 *мг* цинка в 1 *л* раствора.

Эталонные растворы снимаются как растворы проб. Содержание цинка в процентах вычисляют по формуле:

$$Zn = \frac{100 \cdot h \cdot V}{K \cdot G \cdot 1000 \cdot 1000} = \frac{50 \cdot h \cdot 100}{K \cdot G \cdot 1000 \cdot 1000} = \frac{h}{200 \cdot K \cdot G},$$

где:

K — коэффициент пересчета $\frac{H}{G}$, где:

G — концентрация эталонного раствора металла в *мг/л*;

H — высота волны эталонного раствора металла в *мм*;

h — высота волны испытуемого раствора в *мм*;

V — разведение испытуемого раствора в *мл* (50 *мл*);

G — навеска в *г*.

Примечание. Необходимо перед полярографированием пробы и эталонных растворов определить полярографически чистоту основного электролита — фона. В случае обнаружения диффузионных волн при потенциалах восстановления цинка, полученную высоту волны вычитают из высоты волны определяемого металла.

Замена

ГОСТ 195—66 введен взамен ГОСТ 195—41.
ГОСТ 429—66 введен взамен ГОСТ 429—41.
ГОСТ 860—60 введен взамен ГОСТ 860—41.
ГОСТ 2053—66 введен взамен ГОСТ 2053—43.
ГОСТ 3640—65 введен взамен ГОСТ 3640—47.
ГОСТ 3760—64 введен взамен ГОСТ 3760—47.
ГОСТ 3773—60 введен взамен ГОСТ 3773—47.
ГОСТ 4159—64 введен взамен ГОСТ 4159—48.
ГОСТ 4203—65 введен взамен ГОСТ 4203—48.
ГОСТ 4206—65 введен взамен ГОСТ 4206—48.
ГОСТ 4207—65 введен взамен ГОСТ 4207—48.
ГОСТ 4215—66 введен взамен ГОСТ 4215—48.
ГОСТ 4232—65 введен взамен ГОСТ 4232—48.
ГОСТ 4233—66 введен взамен ГОСТ 4233—48.
ГОСТ 4236—67 введен взамен ГОСТ 4236—48.
ГОСТ 4328—66 введен взамен ГОСТ 4328—48.
ГОСТ 4527—65 введен взамен ГОСТ 4527—48.
ГОСТ 6691—67 введен взамен ГОСТ 6691—53
ГОСТ 11070—64 введен взамен ГОСТ 3549—55, кроме классификации и марок.
ГОСТ 3118—67 введен взамен ГОСТ 3118—46.
ГОСТ 4461—67 введен взамен ГОСТ 4461—48.
ГОСТ 3118—67 введен взамен ГОСТ 3118—46.

ПРИЛОЖЕНИЕ

I. Полярографический метод определения содержания свинца в олове марок О1 и О2

1. Применяемые реактивы, растворы и аппаратура.

Смесь кислот, приготовленная перед применением смешением одного объема азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 (уд. в. 1,174—1,1885), разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67 (уд. в. 1,372—1,405) и разбавленная 1:1, 1:2 и 1:3.

Свинец по ГОСТ 3778—65 марки СО.

Перекись водорода (пергидроль) по ГОСТ 177—55.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—51, разбавленная 1:2.

Натрий виннокислый по ГОСТ 3656—51, 44%-ный раствор (на 100 *мл* дистиллированной воды 44 *г* соли).

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51. 0,2%-ный спиртовый раствор.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236—67 или свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—51.

Эталонный раствор свинца:

1 *г* свинца растворяют в 25—30 *мл* азотной кислоты, разбавленной 1:3. Раствор выпаривают почти досуха, прибавляют 7—10 *мл* соляной кислоты и снова выпаривают.

Эту операцию повторяют 2—3 раза, после чего приливают 200 *мл* соляной кислоты, разбавленной 1:1, переносят раствор в мерную колбу емкостью 1 *л*, смывая со стенок колбы нерастворившийся хлористый свинец горячей соляной кислотой, разбавленной 1:1, дополняют до метки этой же кислотой и тщательно перемешивают. 1 *мл* раствора содержит 1 *мг* свинца.

Примечание. Эталонный раствор свинца можно готовить из чистой азотнокислой или уксуснокислой соли свинца; для этого соль выпаривают в соляной кислоте и затем прибавляют соляной кислоты, как указано выше. Нельзя применять сернокислую соль свинца, так как серная кислота не удаляется путем выпаривания с соляной кислотой.

Ртуть металлическая по ГОСТ 4658—49, очищенная, не содержащая влаги, марки Р2.

Проявитель метол-гидрохиноновый.

Натрий серноватистокислый по ГОСТ 4215—66, 20%-ный раствор.

Фотобумага нормальная (не контрастная) размером 18×24 или 9×12.

Полярограф с зеркальным гальванометром и всеми необходимыми принадлежностями.

Установка для получения водорода.

2. Описание определения.

2 *г* олова марки О1 и 1 *г* марки О2 помещают в фарфоровый тигель емкостью 30—40 *мл* и растворяют при умеренном нагревании в 20 *мл* смеси кислот.

По окончании растворения прибавляют 10 *мл* соляной кислоты и выпаривают раствор почти досуха.

Выпаривание повторяют, прибавляя каждый раз по 5—8 *мл* соляной кислоты и по 1—2 капли перекиси водорода, до полного удаления четыреххлористого олова, что видно по отсутствию густых белых паров при последующем прибавлении соляной кислоты с перекисью водорода.

В последний раз выпаривают досуха, избегая перегрева. По охлаждении сухой остаток смачивают пятью каплями соляной кислоты, приливают 3—5 *мл* дистиллированной воды, 5 *мл* 44%-ного раствора виннокислого натрия и нагревают примерно до температуры 40—50° С. Затем переносят в мерную колбу емкостью 50 *мл*, смывают стенки тигля 5 *мл* 44%-ного раствора виннокислого натрия, прибавляют из бюретки 1 *мл* уксусной кислоты, разбавленной 1:2,

10 капель 0,2%-ного спиртового раствора метилового красного, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

Отбирают в электролизер примерно 20 *мл* раствора и пропускают ток водорода в продолжение 30—40 *мин.*

Полярографируют при чувствительности гальванометра $S=1/10$ или $S=1/25$ в зависимости от концентрации примесей металлов.

Эталонный раствор свинца:

Для анализа олова марок О1, О2 отмеривают в два фарфоровых тигля емкостью 30—40 *мл* при помощи микробюретки 1,0 и 2,0 *мл* эталонного раствора свинца и выпаривают их досуха, избегая перегрева. Далее поступают так же, как и при анализе пробы.

После разбавления до 50 *мл* растворы содержат 20 *мг/л* свинца и 40 *мг/л* свинца.

Содержание свинца в процентах вычисляют по формуле:

$$Pb=\frac{100\cdot h\cdot V}{K\cdot G\cdot 1000\cdot 1000}=\frac{50\cdot h\cdot 100}{K\cdot G\cdot 1000\cdot 1000}=\frac{h}{200\cdot K\cdot G},$$

где:

K — коэффициент пересчета $\frac{H}{G}$, где:

G — концентрация эталонного раствора свинца в *мг/л*;

H — высота волны эталонного раствора металла в *мм*;

h — высота волны испытуемого раствора в *мм*;

V — разведение испытуемого раствора в *мл* (50 *мл*);

G — навеска в *г*.

Примечание. Необходимо перед полярографированием пробы и эталонных растворов определить полярографически чистоту основного электролита-фона: 10 *мл* 44%-ного раствора виннокислого натрия, 1 *мл* уксусной кислоты, разбавленной 1:2, 5 капель соляной кислоты и 10 капель 0,2%-ного спиртового раствора метилового красного на объем 50 *мл*. В случае обнаружения диффузионных волн при потенциалах восстановления свинца полученную высоту волны вычитают из высоты волны определяемого металла.

II. Методы спектрального анализа

3. Общие указания.

Предлагаемая методика спектрального анализа металлического олова предусматривает количественное определение свинца, меди, железа, висмута, сурьмы и полуколичественное определение мышьяка, цинка, алюминия и может быть использована наряду с методами химического анализа.

Спектральный анализ олова выполняется методом трех эталонов с применением микрофотометра.

4. Аппаратура.

Кварцевый спектрограф средней модели.

Искровой генератор ИГ-2.

Нерегистрирующий микрофотометр МФ-2 или другой системы.

Муфельная или тигельная печь.

Графитовые или фарфоровые тигли.

Кокиль для отливки электродов цилиндрической формы диаметром 8 *мм*, длиной 50—75 *мм*.

5. Эталоны.

Металлическое олово с известным содержанием примесей (Pb, Cu, Bi, Sb и т. д.) в виде стержней диаметром 8 *мм*, длиной 50—75 *мм*, заточенные на плоскость.

6. Фотоматериалы.

а) Фотопластинки для научных целей, тип П, чувствительность 11—17 единиц.

б) Проявитель:
Раствор 1. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53, 1000 *мл.*
Калий углекислый по ГОСТ 4221—65, 60 *г.*
Раствор 2. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53, 1000 *мл.*
Метил-пара-амино-фенолсульфат (метол) по ГОСТ 24—60, 3 *г.*
Гидрохинон по ГОСТ 2549—60, 7,5 *г.*
Натрий сернистокислый безводный (натрий сульфит) по ГОСТ 195—41, 45 *г.*
Бромистый калий по ГОСТ 4160—65, 1,5 *г.*
Перед употреблением раствор 1 и раствор 2 смешивают в отношении 1 : 2.
в) Фиксаж:
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53, 1000 *мл.*
Тиосульфат натрия кристаллический по ГОСТ 244—41, 250 *г.*
Хлористый аммоний по ГОСТ 3773—60, 50 *г.*
Продолжительность проявления 3 *мин* при температуре 18° С.
7. Режим фотографирования
В качестве источника возбуждения используется искровой генератор ИГ-2, включенный по сложной схеме.
Сила тока в первичной цепи трансформатора 3 *а.*
Самоиндукция 0,55 *мгн.*
Емкость 0,02 *мкф.*
Аналитический промежуток 2 *мм*, вспомогательный промежуток 2,5 *мм.*
Щель освещается трехлинзовым конденсором, ширина щели 0,025 *мм*, промежуточного изображения 3,2 *мм* (1,2 *мм* при определении меди).
Время предварительного обыскривания 5—7 *сек.*
Экспозиция 45 *сек.*
8. Линия сравнения.

Определяемый элемент	Длина волны линии определяемого элемента Å	Длина волны линии сравнения Å
Свинец	Pb 2833,0 Pb 2823,2 Pb 2873,3	Sn 2761,7
Висмут	Bi 3067,7 Bi 2897,9	Sn 3223,5
Железо	Fe 3020,6	Sn 3223,5
Медь	Cu 3273,9	Sn 3223,5 Sn 3218,6
Сурьма	Sb 2528,5	Sn 2661,2
Мышьяк	As 2349,8	Мышьяк, цинк и алюминий определяются полуколичественно
Цинк	Zn 3302,9 Zn 3345,5	
Алюминий	Al 3082,1	

9. Подготовка пробы.
Проба для анализа поступает в виде отлитых стержней или в виде стружки.
Стружка переплавляется в стержни, под слоем канифоли, при помощи предварительно нагретых фарфоровых или графитовых тиглей и металлического кокиля.
Эталоны и пробы затачиваются на плоскость и укрепляются в штативе.
10. Описание определений.

Спектры эталонов фотографируют (после предварительного обыскривания) три раза, пробы — пять раз на одной и той же пластинке. Полученные результаты усредняются.

Фотопластинку проявляют, ополаскивают в воде, фиксируют, промывают в течение 10 *мин.*, после чего просушивают.

Спектрограмму фотометрируют.

Измеренные с помощью микрофотометра по логарифмической шкале почернения линии основного вещества вычитают из почернения линии примесей.

Определяют среднее арифметическое из значений разности почернений As (для эталонов — из трех и для проб — из пяти).

По результатам фотометрирования эталонов строят градуировочные графики для определяемого элемента.

По оси ординат откладывают разности почернений линий примеси и основного вещества, а по оси абсцисс — логарифмы концентраций.

При помощи градуировочного графика по известным значениям разности почернений находят концентрации примесей в анализируемых пробах.

Допустимые расхождения между двумя определениями не должны превышать ±10% относительной концентрации.

В противном случае происходит повторный анализ.

Замена

ГОСТ 24—60 введен взамен ГОСТ 24—40.
ГОСТ 2549—60 введен взамен ГОСТ 2549—44.
ГОСТ 3118—67 введен взамен ГОСТ 3118—46.
ГОСТ 3773—60 введен взамен ГОСТ 3773—47.
ГОСТ 3778—65 введен взамен ГОСТ 3778—56.
ГОСТ 4221—65 введен взамен ГОСТ 4221—53.
ГОСТ 4160—65 введен взамен ГОСТ 4160—48.
ГОСТ 4215—66 введен взамен ГОСТ 4215—48.
ГОСТ 4236—67 введен взамен ГОСТ 4236—48.
ГОСТ 4461—67 введен взамен ГОСТ 4461—48.

gost.e-ecolog.ru