ГОСТ 851.11—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Метод определения олова

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

7-1—422

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Госстандартом Украины

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 3 от 17 февраля 1993 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 20 февраля 1996 г. № 82 межгосударственный стандарт ГОСТ 851.11—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Группа В59

ГОСТ 851.11—93

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Метод определения олова

Primary magnesium. Method for determination of tin

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения олова (при массовой доле олова от 0,001 до 0,030 %) в первичном магнии.

Метод основан на образовании в сернокислой среде при pH 3 коллоидного раствора комплексного соединения олова (IV) с фенилфлуороном желто-оранжевого цвета и последующем измерении оптической плотности раствора.

1 Общие требования

1.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

1.2 Массовую долю олова определяют из двух параллельных навесок.

2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический.

Кислота соляная — по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Кислота серная — по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:4, 1:9.

Кислота азотная — по ГОСТ 4461.

Аммиак водный — по ГОСТ 3760, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм^3.

Фенилфлуорон (2, 3, 7 — триокси-9-(диметил-аминофенил)-флуорон-6) — по ТУ 6-09-05-289, раствор с массовой концентрацией 0,3 г/дм^3: 0,03 г фенилфлуорона растворяют в этиловом спирте, добавляют 1 см^3 раствора серной кислоты (1:1) и доливают этиловым спиртом до объема 100 см^3. Реактив должен иметь розовый цвет.

Спирт поливиниловый — по ГОСТ 10779, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3, или желатин пищевой — по ГОСТ 11293, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм^3, свежеприготовленный.

Натрий уксуснокислый 3-водный — по ГОСТ 199.

Кислота уксусная — по ГОСТ 61, раствор с массовой концентрацией 700 г/дм^3.

Буферный раствор с pH 3: 20 г уксуснокислого натрия растворяют в 70 см^3 воды, фильтруют в мерную колбу вместимостью 200 см^3, прибавляют 48 см^3 раствора уксусной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Олово — по ТУ 6-09-2704.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Водорода перекись — по ГОСТ 10929, раствор с массовой концентрацией 30 г/дм^3.

Издание официальное

П-нитрофенол — по ТУ 6-09-3973, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3.

Стандартные растворы олова:

Раствор А: 0,100 г олова растворяют в 10 см^3 серной кислоты и упаривают до паров серной кислоты. Остаток охлаждают до комнатной температуры, растворяют в 50 см^3 раствора серной кислоты (1:9), переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают раствором серной кислоты (1:9) до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

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

Раствор Б: 1 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают раствором серной кислоты (1:9) до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 1 мкг олова.

3 Проведение анализа

3.1 Навеску массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 300 см^3, добавляют 25 см^3 раствора серной кислоты (1:4), 2—3 капли азотной кислоты, нагревают и кипятят в течение 10 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 2—10 см^3 (таблица 1) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 1—2 капли раствора п-нитрофенола и нейтрализуют раствором аммиака до появления желто-зеленой окраски. Затем приливают по каплям раствор серной кислоты (1:9) до обесцвечивания раствора, добавляют 1,4 см^3 раствора серной кислоты (1:1), 1 см^3 раствора перекиси водорода, 10 см^3 буферного раствора, 5 см^3 раствора поливинилового спирта или 2,5 см^3 раствора желатина, 1 см^3 раствора фенилфлуорона, доливают водой до метки и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны от 490 до 510 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Объем аликвотной части, см^3
От 0,001 до 0,006 включ.	10
» 0,002 » 0,012 »	5
» 0,005 » 0,030 »	2

3.2 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью 50 см^3 наливают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 мкг олова. В седьмую колбу, раствор которой является раствором контрольного опыта, приливают 1 см^3 раствора серной кислоты (1:9). Во все колбы добавляют воду до объема 20 см^3, по 1—2 капли раствора п-нитрофенола, нейтрализуют раствором аммиака до появления желто-зеленой окраски и далее поступают, как указано в 3.1.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график в соответствии с ГОСТ 25086.

При построении градуировочного графика каждую градуировочную точку строят по среднему арифметическому результату трех определений оптической плотности.

4 Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1}, \qquad (1)$$

где m_1 — масса олова в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем раствора пробы, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора пробы, см^3;

m — масса навески, г.

4.2 Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0,95$ указаны в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0005	0,0008	0,0006
Св. 0,0030 » 0,0100 »	0,0010	0,0015	0,0012
» 0,010 » 0,030 »	0,0020	0,0030	0,0020

4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор А.

4.4 При оформлении результатов анализа делают ссылку на данный стандарт и указывают метод и результаты контроля точности.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	Раздел 2	ГОСТ 10929—76	Раздел 2
ГОСТ 61—75	Раздел 2	ГОСТ 11293—89	Раздел 2
ГОСТ 199—78	Раздел 2	ГОСТ 14261—77	Раздел 2
ГОСТ 3760—79	Раздел 2	ГОСТ 25086—87	1.1; 3.2; 4.3
ГОСТ 4204—77	Раздел 2	ТУ 6-09-3973—75	Раздел 2
ГОСТ 4461—77	Раздел 2	ТУ 6-09-2704—88	Раздел 2
ГОСТ 10779—78	Раздел 2	ТУ 6-09-05-289—88	Раздел 2

gost.e-ecolog.ru