УДК 669.35'5:546.811.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ

Методы определения олова

ГОСТ 1652.5—77

Copper-zinc alloys.
Methods for the determination of tin

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—07—01

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения олова (при массовой доле олова от 0,001 до 0,7 % и от 0,005 до 0,5 %), полярографический метод определения олова (при массовой доле олова от 0,001 до 0,5 %), атомно-абсорбционный метод определения олова (при массовой доле олова от 0,005 до 3 %) и титриметрический метод определения олова (при массовой доле олова от 0,05 до 5 %) в медно-цинковых сплавах по ГОСТ 15527, ГОСТ 17711 и ГОСТ 1020.

Стандарт полностью соответствует ИСО 4751.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА С КВЕРЦЕТИНОМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения олова с кверцетином, экстрагируемого н-бутиловым спиртом из солянокислого раствора. Мешающее влияние меди и железа устраняют прибавлением тиомочевины.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1, 1:4 и 1:10.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Смесь кислот: смешивают три части соляной кислоты и одну часть азотной кислоты.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор 10 г/дм^3.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм^3.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Спирт бутиловый нормальный по ГОСТ 6006.

Кверцетин, раствор 0,4 г/дм^3 в н-бутиловом спирте.

Медь по ГОСТ 859 марки М0.

Стандартный раствор меди; готовят следующим образом: 2,5 г меди растворяют в 30 см^3 соляной кислоты, добавляя по каплям перекись водорода. Избыток перекиси водорода разлагают кипячением и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,01 г меди.

Олово по ГОСТ 860 марки О1.

Стандартные растворы олова

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г олова помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 1 г хлористого натрия, 20 см^3 концентрированной соляной кислоты, 1 см^3 перекиси водорода (постепенно по каплям) и нагревают при 60—70 °С. К концу растворения температуру поднимают до 80 °С. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают соляной кислотой, разбавленной 1:10, до метки и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 25 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г олова. Раствор Б готовят в день применения.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Без предварительного выделения олова соосаждением с гидроокисью железа*

Навеску пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, добавляют 5 г хлористого натрия, 20 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и нагревают. В процессе нагревания вводят 7—10 $см^3$ перекиси водорода небольшими порциями до растворения навески. После полного растворения навески раствор выпаривают до 3—4 $см^3$.

При массовой доле олова от 0,002 до 0,01 % весь полученный раствор переводят в делительную воронку вместимостью 150 $см^3$. При массовой доле олова свыше 0,01 % раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть полученного раствора объемом 25 $см^3$(при массовой доле олова от 0,01 до 0,1 %), 5 $см^3$ (при массовой доле олова от 0,1 до 0,4 %) или 2,5 $см^3$ (при массовой доле олова от 0,4 до 0,7 %) помещают в делительную воронку вместимостью 150 $см^3$.

При определении содержания олова в кремнистых или свинцовых сплавах, при наличии осадка, аликвотную часть отбирают из предварительно отфильтрованного раствора.

Раствор в делительной воронке нейтрализуют по каплям аммиаком до слабощелочной реакции по бумаге конго и приливают 5 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:4. Затем прибавляют 20 $см^3$ раствора тиомочевины и разбавляют водой до 70 $см^3$. При использовании всей навески прибавляют 35—40 $см^3$ раствора тиомочевины до получения бесцветного и прозрачного раствора. Затем вводят 25 $см^3$ раствора кверцетина в н-бутиловом спирте и энергично встряхивают в течение 5 мин. После разделения фаз нижний слой отбрасывают, не допуская остатка водной фазы, а органический слой переливают в сухой стакан вместимостью 50 $см^3$, содержащий 0,2—0,5 г безводного сернокислого натрия, и через 5 мин измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 1 см на фотоэлектроколориметре с синим или фиолетовым светофильтром при длине волны 420—450 нм или на спектрофотометре при длине волны 440 нм. Раствором сравнения служит раствор кверцетина в н-бутиловом спирте.

2.3.2. *С предварительным выделением олова соосаждением с гидроокисью железа*

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 10 $см^3$ смеси кислот. После растворения сплава добавляют 2 $см^3$ раствора хлорного железа и разбавляют водой

до объема 150 см^3. Осаждают гидроокиси аммиаком, разбавленным 1:1, до перехода меди в растворимый синий комплекс. Раствор нагревают и выдерживают при 60—70 °С в течение 20—30 мин. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают горячим раствором аммиака, разбавленным 1:50. Осадок растворяют в 20 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1. Фильтр промывают горячей водой. Раствор выпаривают до 10—16 см^3 и при массовой доле олова от 0,002 до 0,01 % весь полученный раствор переводят в делительную воронку вместимостью 150 см^3, а при массовой доле олова 0,01 % раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

Так как основная масса меди отделена, то мешающее влияние оставшихся количеств меди и железа устраняют прибавлением 15 см^3 раствора тиомочевины.

2.3.3. *Построение градуировочного графика*

В делительные воронки вместимостью по 150 см^3 вносят по 10 см^3 стандартного раствора меди, последовательно вводят 0; 1; 3; 5; 7 и 10 см^3 стандартного раствора Б олова. Растворы нейтрализуют аммиаком до слабощелочной среды по бумаге конго, приливают 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:4, и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

По найденным значениям оптических плотностей строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю олова (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса навески (или содержание ее в аликвотной части), г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля олова, %	*d*, %	*D*, %
От 0,0010 до 0,0025 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0025 » 0,0050 »	0,0006	0,0008
» 0,005 » 0,010 »	0,002	0,003
» 0,010 » 0,025 »	0,003	0,004
» 0,025 » 0,050 »	0,005	0,007
» 0,05 » 0,10 »	0,008	0,01
» 0,10 » 0,25 »	0,015	0,02
» 0,25 » 0,50 »	0,03	0,04
» 0,5 » 1,0 »	0,06	0,08
» 1,0 » 2,0 »	0,10	0,14
» 2,0 » 5,0 »	0,15	0,2

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (*D* — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 1).

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

2.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.4.4.1—2.4.4.3. **(Исключены, Изм. № 4).**

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

3.1. Сущность метода

Метод основан на отделении олова соосаждением с гидроокисью бериллия в аммиачном растворе, содержащем трилон Б, с последующим полярографическим определением олова на солянокислом фоне. Потенциал полуволны (пика) восстановления олова около минус 0,45 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного тока ППТ-1 или осциллографический

полярограф ПО-5122, или другой подходящий полярограф переменного тока со всеми принадлежностями.

Полярографическая ячейка, выполненная из стекла вместимостью 40 $см^3$, с выносным анодом (насыщенный каломельный элемент) и ртутным капающим катодом.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная, разбавленная 1:1 и 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Бериллий азотнокислый, 10 %-ный водный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, концентрированный и 2 %-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Динатриевая соль этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,1 моль/$дм^3$ раствор; готовят следующим образом: 37,22 г трилона Б растворяют в 1 $дм^3$ воды.

Перекись водорода по ГОСТ 10929.

Олово марки О0 по ГОСТ 860.

Стандартные растворы олова.

Раствор А; готовят следующим образом: навеску олова массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 10—15 $см^3$ концентрированной серной кислоты. После растворения олова и охлаждения раствора приливают 100 $см^3$ воды и 50 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 $см^3$ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки соляной кислоты, разбавленной 1:3, и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,01 мг олова.

Раствор Б готовят перед применением.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.3. Проведение анализа

Массу навески сплава (табл. 2) помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, накрывают часовым стеклом и растворяют в 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты при слабом нагревании. После растворения сплава раствор охлаждают, добавляют 5 $см^3$ раствора азотнокислого бериллия, об-

мывают стекло и стенки стакана водой, нагревают до 70—80 °С и к горячему раствору добавляют 20 см³ раствора трилона Б. Раствор вновь нагревают до 80 °С, разбавляют водой до общего объема 150 см³ и добавляют концентрированный раствор аммиака до образования растворимого темно-синего аммиачного комплекса меди и сверх этого вводят еще 5 см³ аммиака в избыток. Раствор оставляют на горячей бане на 30—40 мин, после чего горячий раствор фильтруют через плотный фильтр «синяя лента» и промывают осадок на фильтре 5—7 раз горячим 2 %-ным раствором аммиака.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Масса навески, г	Полярографируемый объем раствора, см³
От 0,001 до 0,003 включ.	1	40
Св. 0,003 » 0,01 »	1	20
» 0,01 » 0,025 »	1	10
» 0,025 » 0,05 »	0,5	5
» 0,05 » 0,1 »	0,5	2
» 0,1 » 0,5 »	0,1	5

Воронку с осадком помещают над стаканом, в котором проводили осаждение, и растворяют осадок в 20 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:3, добавляя несколько капель перекиси водорода при наличии в сплаве марганца.

Фильтр промывают 20 см³ горячей воды, разбавляют раствор до 150 см³ водой, добавляют 15 см³ раствора трилона Б и повторяют осаждение.

После трехкратного переосаждения осадок на фильтре растворяют в 25 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают раствор до метки тем же раствором соляной кислоты и перемешивают.

Одновременно проводят контрольный опыт.

Аликвотную часть полученного раствора (см. табл. 2) переносят в полярографическую ячейку, предварительно промытую соляной кислотой, разбавленной 1:3. Раствор в ячейке деаэрируют, пропуская азот в течение 5—7 мин, затем прекращают перемешивание и снимают катодную поляризационную кривую в интервале напряжений от минус 0,25 до минус 0,7 В. Пик восстановления олова регистрируют в области минус 0,45 В. Чувствительность регистрирующего

прибора выбирают таким образом, чтобы высота пика олова была не менее 15 мм.

Содержание олова находят методом стандартных добавок. Аликвотную часть раствора А или Б, в зависимости от содержания олова, вводят в полярографируемый раствор, пропускают азот в течение 3 мин и далее ведут анализ, как при определении олова в испытуемом растворе. Значение стандартной добавки выбирают таким образом, чтобы высота пика олова после введения добавки увеличилась в 1,5—2 раза. Объем стандартной добавки не должен превышать 0,5 $см^3$.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(h_1 - h) \cdot V \cdot C \cdot 100}{(h_2 - h_1) \cdot m},$$

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

h_1 — высота пика олова при полярографировании испытуемого раствора, мм;

h_2 — высота пика олова при полярографировании раствора после введения стандартной добавки, мм;

V — объем стандартной добавки, мм;

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

m — масса навески сплава, взятая на полярографирование, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП)

медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.4.4.1—3.4.4.3. **(Исключены, Изм. № 4).**

4. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

4.1. Сущность метода

Метод основан на отделении олова от меди и цинка соосаждением с гидроокисью железа, восстановления четырехвалентного олова до двухвалентного металлическим свинцом или алюминием, или фосфорноватистокислым натрием, или кальцием и титровании двухвалентного олова раствором йода в присутствии крахмала в качестве индикатора.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Воронка с гидравлическим затвором.

Олово с массовой долей олова не менее 99,95 % или стандартный образец олова № 99-а.

Раствор олова стандартный; готовят следующим образом: 0,5 г олова (или стандартный образец) растворяют в 20 см^3 концентрированной серной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и добавляют до метки серной кислотой, разбавленной 1:5.

Алюминий по ГОСТ 11069, ч., марки АВ0 (стружка или тонкие пластинки).

Свинец по ГОСТ 3778, ч., марки С3 (пластины длиной 8—10 см, шириной 1,5—2,0 см и массой 25—30 г).

Натрий фосфорноватистокислый по ГОСТ 200.

Кальций фосфорноватистокислый.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:5.

Смесь кислот соляной и азотной в соотношении 3:1, свежеприготовленная.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 20 г/дм^3, в который добавлено 20 см^3 аммиака на 1 дм^3 раствора.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор; готовят следующим образом: 12 г хлорного железа растворяют в 30 мл концентрированной соляной кислоты и разбавляют водой до 1 дм^3.

Ртуть однохлористая (каломель).

Натрий кислый углекислый по ГОСТ 4201, насыщенный без нагревания, раствор.

Мрамор электродный по ГОСТ 4416.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор 10 г/дм^3.

Йод по ГОСТ 4159, 0,05 моль/дм^3 раствор.

Углекислый газ, полученный в аппарате Киппа.

Сурьма хлористая по ГОСТ 1089, раствор 10 г/дм^3.

Определение массовой концентрации раствора йода

50 см^3 стандартного раствора олова переносят в коническую колбу вместимостью 500 см^3 добавляют 20 см^3 раствора хлорного железа, 80 см^3 концентрированной соляной кислоты, разбавляют водой до 250 см^3, добавляют 2 г алюминия, закрывая колбу воронкой с затвором, наполненным раствором кислого углекислого натрия, и далее анализ ведут, как указано в п. 4.3.1.

Для восстановления четырехвалентного олова применяют тот же восстановитель, что и при анализе проб (алюминий, свинец или фосфорноватистокислый натрий или кальций), соблюдая ту же кислотность среды и температуру охлаждения.

Массовую концентрацию раствора йода (T), выраженную в граммах олова на 1 см^3 раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0{,}05}{V},$$

где 0,05 — масса олова, взятая для титрования, г;

V — объем раствора йода, затраченный на титрование, см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.3. Проведение анализа

4.3.1. *Восстановление четырехвалентного олова до двухвалентного алюминием*

Навеску сплава массой 2 г (при массовой доле олова от 0,7 до 2%) и массой 1 г (при массовой доле олова от 2 до 5%) помещают в стакан вместимостью 400 см^3, накрывают часовым стеклом и растворяют в 20 см^3 смеси кислот при осторожном нагревании. В раствор прибавляют 20 см^3 раствора хлорного железа, разбавляют водой до 250 см^3, нагревают до 70—80 °С и добавляют аммиак до перехода двухвалент-

ной меди в растворимый синий аммиачный комплекс. Раствор выдерживают при 70 °С до коагуляции осадка в течение 10 мин.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 6—7 раз горячим раствором хлористого аммония. Фильтр вынимают, раскрывают, осадок смывают горячей водой в тот же стакан, в котором проводилось осаждение, и растворяют 20 $см^3$ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1. Затем фильтр промывают горячей водой, после чего 20 $см^3$ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, и снова горячей водой.

Раствор доливают водой до 100 $см^3$, добавляют 50 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и примерно 3 г порошка железа. Стакан накрывают часовым стеклом и восстановление проводят на водяной бане в течение 30—45 мин и считают его законченным, если большая часть железа присутствует в растворе до окончания фильтрования. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности в коническую колбу вместимостью 500—1000 $см^3$. Раствор тщательно промывают 4—5 раз соляной кислотой, разбавленный 1:19 (около 150 $см^3$).

Переосаждение гидроокисей повторяют еще два раза. Промытый осадок раствора на фильтре в 60 $см^3$ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, вводя ее порциями по 20 $см^3$. После каждой порции соляной кислоты фильтр промывают горячей водой. Фильтрат собирают в прежний стакан.

Раствор переносят в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, прибавляют 60 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и разбавляют водой до 250 $см^3$. В раствор прибавляют 2 г алюминия, колбу закрывают воронкой с гидравлическим затвором, наполненным раствором кислого углекислого натрия. Необходимо постоянно следить за полнотой наполнения воронки раствором кислого углекислого натрия во избежание проникновения воздуха в колбу. Содержимое колбы нагревают и кипятят до полного растворения алюминия, затем колбу с раствором снимают с бани, добавляют в него 2—3 кусочка мрамора (около 5 г) или пропускают ток углекислого газа, полученный в аппарате Киппа, затем слегка охлаждают на воздухе, после чего в проточной воде до комнатной температуры. Охлажденную колбу с раствором освобождают от воронки с затвором, в колбу добавляют 2 г йодистого калия, 5 $см^3$ раствора крахмала и титруют 0,05 моль/$дм^3$ раствором йода до голубой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.3.2. *Восстановление четырехвалентного олова до двухвалентного свинцом*

При восстановлении четырехвалентного олова свинцом к солянокислому раствору олова, находящемуся в конической колбе вместимостью 500 см³, прибавляют 30 см³ концентрированной соляной кислоты и разбавляют водой до 250 см³. В колбу опускают свинцовую пластину, закрывают колбу обычной воронкой и нагревают до слабого кипения, которое поддерживают в течение 60 мин. При этом объем раствора в колбе поддерживают постоянным добавлением горячей воды. Перед окончанием восстановления закрывают колбу воронкой с затвором, наполненным кислым углекислым натрием, и кипятят еще 10 мин. Далее поступают точно также, как при восстановлении алюминием. Титруют, не вынимая из раствора свинцовую пластинку. При повторном применении свинцовых пластин с них необходимо каждый раз снимать налет окислов механическим способом.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.3.3. *Восстановление четырехвалентного олова до двухвалентного фосфорноватистокислым натрием или кальцием*

При восстановлении четырехвалентного олова фосфорноватистокислым натрием или кальцием к солянокислому раствору олова, находящемуся в колбе вместимостью 500 см³, прибавляют 10 см³ концентрированной соляной кислоты и воду до 250 см³. В раствор прибавляют 1,5 г фосфорноватистокислого натрия или кальция и 0,03 г каломели. Коническую колбу закрывают с затвором, наполненным кислым углекислым натрием, раствор кипятят до полного обесцвечивания и затем еще 5 мин. После охлаждения раствора анализ продолжают, как при восстановлении алюминием.

4.4. Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см³;

T — массовая концентрация раствора йода, выраженная в г/см³ олова;

m — масса навески сплава, г.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

4.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

4.4.4. Контроль анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медноцинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.4.4.1—4.4.4.2. **(Исключены, Изм. № 4).**

5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА С ФЕНИЛФЛУОРОНОМ

5.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной или в азотной и фтористоводородной кислотах, выделении олова на гидратированную двуокись марганца из среды 2 моль/дм³ азотной кислоты и на фотометрическом определении его в виде комплекса с фенилфлуороном в присутствии аскорбиновой и лимонной кислот, маскирующих железо (III) и сурьму, и измерении оптической плотности окрашенного раствора при 510 нм.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1, 2 моль/дм³ раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1, 1:4 и 2,5 моль/дм³ раствор.

Кислота аскорбиновая, раствор 20 г/дм³, свежеприготовленный.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 200 г/дм³, свежеприготовленный.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Марганец азотнокислый, раствор 50 г/дм³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/дм³.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, раствор 30 г/дм³.

Желатин, раствор 10 г/дм³ свежеприготовленный.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Спирт этиловый, ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Фенилфлуорин, раствор 0,5 г/дм³ в этиловом спирте: 0,125 г реактива растворяют при нагревании в стакане вместимостью 100 см³ в 50 см³ этилового спирта с добавлением 2 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки этиловым спиртом и перемешивают. Раствор хранят в темном месте.

Олово металлическое по ГОСТ 860, марки О1.

Стандартные растворы олова

Раствор А: 0,1000 г олова растворяют в 10 см³ концентрированной серной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки 2,5 моль/дм³ раствором серной кислоты и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг олова.

Раствор Б: 25 см³ стандартного раствора А олова переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки 2,5 моль/дм³ серной кислоты и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг олова.

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

5.3. Проведение анализа

5.3.1. *Для сплавов, содержащих кремний до 0,05 %*

Навеску сплава (табл. 5) помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1 и растворяют при нагревании.

Таблица 5

Массовая доля олова, %	Масса навески пробы, г	Объем раствора пробы, см³	Объем аликвотной части раствора, см³	Объем 2,5 М серной кислоты, см³
От 0,005 до 0,03 включ.	2	100	10	0,5
Св. 0,03 » 0,06 »	1	100	10	0,5
» 0,06 » 0,12 »	1	100	5	1,0
» 0,12 » 0,25 »	0,5	200	10	0,5
» 0,25 » 0,5 »	0,5	200	5	1,5

Раствор кипятят для удаления окислов азота и доливают водой до объема 50 $см^3$. Добавляют 5 $см^3$ раствора азотнокислого марганца. Раствор нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроокиси меди, добавляют 24 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и воды до объема 90 $см^3$. Нагревают почти до кипения, добавляют 10 $см^3$ раствора марганцовокислого калия и кипятят 2 мин. Через 30 мин осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают стакан и фильтр 8—10 раз горячей 2 $моль/дм^3$ азотной кислотой до исчезновения синей окраски азотнокислой меди.

Осадок с развернутого фильтра смывают водой в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают 10 $см^3$ горячей серной кислоты, разбавленной 1:4, содержащей несколько капель перекиси водорода, а затем водой. Раствор упаривают до белого дыма серной кислоты. К охлажденному остатку при содержании олова до 0,12 % добавляют 20 $см^3$, а при массовой доле олова свыше 0,12 % — 40 $см^3$ 2,5 $моль/дм^3$ серной кислоты. Раствор переливают согласно таблице в соответствующую мерную колбу, доливают до метки водой и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ помещают аликвотную часть раствора, добавляют 2,5 $моль/дм^3$ серной кислоты согласно таблице и поочередно доливают, перемешивая после добавления каждого реактива, 2 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, 5 $см^3$ раствора лимонной кислоты, 1 $см^3$ раствора желатина, 3 $см^3$ ацетона, 2 $см^3$ раствора фенолфлуорона доливают до метки водой и перемешивают. Через 3 ч измеряют оптическую плотность раствора при 510 нм и кювете 1 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

5.3.2. *В сплавах, содержащих кремний свыше 0,5 %*

Навеску массой 1 г помещают в платиновую чашку, добавляют 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 $см^3$ фтористоводородной кислоты и нагревают до растворения. Затем добавляют 10 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают до белых паров серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки чашки ополаскивают 5—7 $см^3$ воды и вновь упаривают до паров серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки чашки ополаскивают 20 $см^3$ воды, нагревают раствор до растворения осадка, переливают в стакан вместимостью 250 $см^3$, доливают водой до 50 $см^3$, добавляют 5 $см^3$ раствора азотнокислого марганца, а затем поступают как указано в п. 5.3.1.

5.3.3. *Построение градуировочного графика*

В семь из восьми стаканов вместимостью по 50 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 7,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06 и 0,07 см³ олова, а затем растворы выпаривают досуха и охлаждают. Во все стаканы добавляют по 2,5 см³ 2,5 моль/дм³ серной кислоты, нагревают раствор, добавляют по 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, охлаждают и поступают, как указано в п. 5.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий олова.

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

(Измененная редакция, Изм. № 4).

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю олова (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot V}{V_1 \cdot m} \cdot 100,$$

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

V — объем исходного раствора пробы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

5.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

5.4.2, 5.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).**

5.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО) или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

5.4.4.1—5.4.4.3. **(Исключены, Изм. № 4).**

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

6.1. Сущность метода

Метод основан на растворении навески в смеси азотной и соляной кислот или, если содержание олова в сплаве менее 0,2 %, на предварительном концентрировании олова соосаждением на гидратированную двуокись марганца и измерении атомной абсорбции олова в пламени ацетилен—воздух, ацетилен—закись азота или водород—воздух, используя излучение с длиной волны 286,3 или 224,6 нм.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр.

Лампа безэлектродная или с полым катодом для олова.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 2:1, 1:1 и 5:100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1 и 1:100.

Смесь кислот: соляной, разбавленной 1:1, и азотной, разбавленной 1:1, в соотношении 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 50 г/дм^3.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435, раствор 80 г/дм^3.

Перекись водорода по ГОСТ 10929.

Медь металлическая по ГОСТ 859 с массовой долей олова менее 0,0005 %.

Раствор меди: 50 г меди растворяют в 350 см^3 смеси кислот, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доливают до метки водой.

10 см^3 раствора содержит 1 г меди.

Цинк по ГОСТ 3640 с массовой долей олова менее 0,0005 %.

Раствор цинка: 50 г цинка растворяют в 250 см^3 смеси кислот, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доливают до метки водой.

10 см^3 раствора содержит 1 г цинка.

Марганец по ГОСТ 6008 с массовой долей олова 0,0005 %.

Раствор марганца: 10 г марганца растворяют в 40 см^3 концентрированной азотной кислоты, добавляют 250 см^3 концентрированной соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки.

10 см^3 раствора содержат 0,1 г марганца.

Олово марки О1 по ГОСТ 860.

Стандартный раствор олова: 1 г олова в виде мелкой стружки растворяют без нагревания в 100 см^3 концентрированной соляной

кислоты. Добавляют еще 50 см³ концентрированной соляной кислоты и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки соляной кислоты, разбавленной 5:100, и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг олова.

6.3. Проведение анализа

6.3.1. При массовой доле олова от 0,2 до 3 % навеску сплава массой 2 г (при массовой доле олова до 1 %) или 0,5 г (при массовой доле свыше 1 %) растворяют в стакане вместимостью 250 см³ в 20 или 10 см³ смеси кислот. После растворения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию олова в анализируемом растворе параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта в пламени ацетилен—воздух или ацетилен—закись азота, используя излучение с длиной волны 286,3 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

6.3.2. При массовой доле олова от 0,005 до 0,2 % навеску сплава массой, установленной в зависимости от массовой доли олова по табл. 6, помещают в высокий стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в смеси кислот в количестве, как указано в табл. 6.

Таблица 6

Массовая доля олова, %	Масса навески пробы, г	Объем смеси кислот, см³
От 0,005 до 0,04 включ.	10,0	100
Св. 0,04 » 0,10 »	4,0	40
» 0,10 » 0,20 »	2,0	20

После растворения пробы раствор разбавляют водой до 200—300 см³, нейтрализуют аммиаком до возникновения неисчезающей во время перемешивания осадка, затем добавляют необходимое количество азотной кислоты, разбавленной 1:1, до его растворения (pH раствора должен быть 2—3). Если массовая доля марганца в сплаве менее 0,5 %, то в раствор добавляют 2,5 см³ раствора сернокислого марганца, нагревают до кипения, добавляют 3 см³ раствора марганцовокислого калия и кипятят 1 мин. Раствор оставляют стоять 30 мин, после чего осадок фильтруют на фильтр средней плотности и промывают 5 раз азотной кислотой, разбавленной 1:100.

Осадок смывают в стакан, в котором проводилось осаждение, и осадок на фильтре растворяют 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 2:1, и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 5:100, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию олова, как указано в п. 6.3.1.

Измерение проводят в пламени водород—воздух (особенно при более низких концентрациях), ацетилен—воздух или ацетилен—закись азота при длине волны 286,3 или 224,6 нм.

6.3.3. *Построение градуировочного графика*

6.3.3.1. При массовой доле олова от 0,2 до 3 % в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³ стандартного раствора олова, что соответствует 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³ олова.

Во все колбы наливают растворы меди и цинка в соответствии с их концентрацией в анализируемом растворе пробы, прибавляют по 5 см³ смеси кислот, доливают соляной кислоты (5:100) до метки и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

6.3.3.2. При массовой доле олова от 0,005 до 0,2 % в пять из шести стаканов вместимостью 600 см³ отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 см³ стандартного раствора олова, что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 мг олова, в каждый стакан добавляют воду до объема 200 см³ и устанавливают pH 2—3 раствором азотной кислоты и далее поступают, как указано в п. 6.3.1.

6.3.3.3. Измеряют атомную абсорбцию олова непосредственно перед и после измерения абсорбции олова в анализируемом растворе пробы. По полученным значениям строят градуировочный график.

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Массовую долю олова (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C_1 — концентрация олова в анализируемом растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — концентрация олова в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем мерной колбы для приготовления раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

6.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

6.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

6.4.2, 6.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).**

6.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

6.4.4.1—6.4.4.3. **(Исключен, Изм. № 4).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Ю.Ф. Шевакин, М.Б. Таубкин, А.А. Немодрук, Н.В. Егиазарова (руководитель темы), **И.А. Воробьева**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.04.77 № 1062**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 1652.5—71**

4. **Стандарт полностью соответствует ИСО 4751—84**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—91	2.4.4, 3.4.4, 4.4.4
ГОСТ 200—76	4.2
ГОСТ 435—77	6.2
ГОСТ 859—78	2.2, 6.2
ГОСТ 860—75	2.2, 3.2, 5.2, 6.2
ГОСТ 1020—77	Вводная часть
ГОСТ 1089—82	4.2
ГОСТ 1652.1—77	1.1
ГОСТ 2603—79	4.2, 5.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 4.2, 6.2
ГОСТ 3640—79	6.2
ГОСТ 3652—69	5.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2, 4.2, 5.2, 6.2
ГОСТ 3773—72	4.2
ГОСТ 3778—77	4.2
ГОСТ 4147—74	2.2, 4.2
ГОСТ 4159—79	4.2
ГОСТ 4166—77	2.2
ГОСТ 4201—79	4.2
ГОСТ 4204—77	3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 4232—74	4.2
ГОСТ 4233—77	2.2
ГОСТ 4416—94	4.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2, 6.2
ГОСТ 6006—78	2.2
ГОСТ 6008—90	6.2
ГОСТ 6344—73	2.2
ГОСТ 9293—74	3.2
ГОСТ 10163—76	4.2
ГОСТ 10484—78	5.2
ГОСТ 10652—73	3.2
ГОСТ 10929—76	2.2, 3.2, 5.2, 6.2
ГОСТ 11069—74	4.2
ГОСТ 15527—70	Вводная часть
ГОСТ 17711—93	Вводная часть
ГОСТ 18300—87	5.2, 6.2
ГОСТ 20490—75	6.2
ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4, 3.4.4, 4.4.4

6. Постановлением Госстандарта от 28.12.92 № 1525 снято ограничение срока действия

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в октябре 1981 г., ноябре 1987 г., октябре 1989 г. и декабре 1992 г. (ИУС 12—81, 2—88, 2—90, 3—93)

gost.e-ecolog.ru