УДК 669.15'293-198 : 546.811.06 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОНИОБИЙ

Метод определения содержания олова

ГОСТ 15933.14—70

Ferroniobium Method for the determination of tin content

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 6/V 1970 г. № 626 срок введения установлен с 1/VII 1971 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на ферониобий и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания олова (при содержании олова от 0,005 до 0,10%).

Метод основан на образовании окрашенного в оранжево-красный цвет коллоидного соединения олова с паранитрофенилфлуороном, стабилизируемого желатиной. Отделение ниобия производят сплавлением с перекисью натрия, с последующим выщелачиванием плава насыщенным раствором хлористого натрия. Олово осаждают аммиаком вместе с алюминием, применяя в качестве коллектора алюмокалиевые квасцы.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на ферониобий.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 15933.0—70.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Перекись натрия.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—66, насыщенный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67, разбавленная 1 : 1.

Квасцы алюмокалиевые (алюминий—калий сернокислый) по ГОСТ 4329—68, 1%-ный раствор.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66, разбавленная 1 : 4.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—65, 2,5%-ный раствор.

Аскорбиновая кислота (витамин С) по ГОСТ 4815—54, 5%-ный раствор.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—68.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—69.

Буферный раствор, готовят следующим образом: 20 *г* уксуснокислого натрия растворяют при нагревании в 70 *мл* воды, прибавляют 70 *мл* уксусной кислоты и разбавляют водой до 200 *мл*.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Желатина пищевая по ГОСТ 11293—65, 0,5%-ный раствор.

Паранитрофенилфлуорон, 0,05%-ный спиртовой раствор; готовят следующим образом. 0,025 *г* паранитрофенилфлуорона растворяют в 45 *мл* этилового спирта, прибавляют 1 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и, если плохо растворяется, слегка подогревают до полного растворения паранитрофенилфлуорона. После охлаждения доливают спиртом до 50 *мл* и перемешивают.

Стандартные солянокислые растворы олова.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 *г* металлического олова растворяют в 30 *мл* соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, при нагревании. После растворения переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 *л*, доливают до метки разбавленной 1 : 1 соляной кислотой и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 *мл* раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, приливают 20 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

1 *мл* раствора Б содержит 0,001 *мг* олова. Раствор готовят в день применения. Стандартные сернокислые растворы олова. Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 *г* металлического олова растворяют при нагревании в 20 *мл* разбавленной 1 : 4 серной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 *л*, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 1 *мл* раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, приливают 5 *мл* разбавленной 1 : 4 серной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 *мл* раствора Б содержит 0,001 *мг* олова.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску ферониобия 1 *г* помещают в железный тигель, прибавляют 5—7 *г* перекиси натрия, перемешивают стеклянной па-

лочкой и сплавляют в муфельной печи при 850—900°С. После охлаждения тигель помещают в стакан вместимостью 250—300 *мл*, приливают 30 *мл* насыщенного раствора хлористого натрия и сразу закрывают стакан часовым стеклом. Когда закончится бурная реакция, стекло снимают, ополаскивают его над стаканом водой, вынимают тигель и обмывают его струей воды из промывалки. Стакан ставят на плиту и кипятят его содержимое в течение 3—5 *мин* для разрушения перекиси натрия. После охлаждения содержимое стакана переливают в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, доливают до метки водой и хорошо перемешивают. Когда раствор отстоится, его фильтруют через сухой фильтр «синяя лента». Первые порции фильтрата отбрасывают. Аликвотную часть 25 *мл* помещают в колбу вместимостью 100 *мл*, нейтрализуют по фенолфталеину, разбавленной 1 : 1 соляной кислотой до кислой реакции, приливают 5 *мл* 1%-ного раствора алюмокалиевых квасцов и осаждают олово аммиаком вместе с суммой гидроокисей, добавляя аммиак до появления запаха. Раствор кипятят в течение 2—3 *мин* для лучшей коагуляции осадка и затем фильтруют через фильтр «красная лента». Осадок гидроокисей промывают на фильтре 6—7 раз горячей водой, после чего струей воды из промывалки смывают осадок с фильтра в тот же стакан, в котором производилось осаждение осадка. Фильтр промывают 2—3 раза горячей разбавленной 1 : 1 соляной кислотой и 6—8 раз горячей водой. К раствору приливают 5 *мл* разбавленной 1 : 4 серной кислоты и выпаривают до начала выделения паров серного ангидрида, затем приливают 10 *мл* воды и после растворения солей отфильтровывают через гигроскопическую вату осадок кремниевой кислоты. Ватный фильтр промывают 5—6 раз горячей водой и осадок отбрасывают. Раствор нейтрализуют аммиаком по фенолфталеину до появления розовой окраски, приливают по каплям разбавленную 1 : 4 серную кислоту до исчезновения розовой окраски и в избыток 5 *мл*. После этого прибавляют 3—5 капель 2,5%-ного раствора марганцовокислого калия для окисления олова и сурьмы, оставляют раствор на 3 *мин*, прибавляют 1 *мл* 5%-ного раствора аскорбиновой кислоты, 10 *мл* буферного раствора, 5 *мл* этилового спирта, 1 *мл* 0,5%-ного раствора желатины и 2 *мл* 0,05%-ного раствора паранитрофенилфлуорона. После прибавления каждого реактива, раствор хорошо перемешивают. Затем переливают раствор в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, доливают до метки водой и тщательно перемешивают. Через 40—60 *мин* измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 508 *нм*) в кювете с толщиной слоя 30 *мм*. В качестве раствора сравнения применяют воду.

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

3.1. Построение калибровочного графика

В колбы вместимостью по 100 *мл* отбирают пипеткой 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 *мл* стандартного раствора Б, что соответствует 10, 20, 30, 40 и 50 *мкг* олова, приливают по 1 *мл* концентрированной серной кислоты, нагревают до начала выделения паров серного ангидрида, охлаждают, приливают 15—20 *мл* воды и перемешивают, после чего прибавляют одну каплю фенолфталеина, нейтрализуют аммиаком до окрашивания раствора в розовый цвет, прибавляют 5 *мл* разбавленной 1 : 4 серной кислоты и далее поступают, как указано в разд. 3.

По найденным значениям оптической плотности с учетом поправки контрольного опыта на содержание олова в реактивах и соответствующим им концентрациям олова строят калибровочный график.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Содержание олова в феррониобии (X) в процентах вычисляют по формулам:

при построении калибровочного графика

$$X = \frac{g \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot G \cdot 1000},$$

где:

g — количество олова, найденное по калибровочному графику, в *мг;*

V — общий объем испытуемого раствора в *мл*;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для колориметрирования, в *мл*;

G — навеска пробы в *г*;

при сравнении со стандартным раствором олова

$$X_1 = \frac{g\,(D - D_2) \cdot 100}{(D_1 - D_2) \cdot G},$$

где:

g — количество олова в стандартном растворе, взятом для колориметрирования, в *г*;

D — оптическая плотность испытуемого раствора;

D_1 — оптическая плотность стандартного раствора;

D_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта;

G — навеска, соответствующая колориметрируемой части раствора, в *г*.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа не должны превышать величин, указанных в таблице.

Содержание олова в %	Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа в абс. %
От 0,005 до 0,010	0,0010
Св. 0,010 „ 0,03	0,0030
„ 0,03 „ 0,05	0,0050
„ 0,05 „ 0,10	0,0100

gost.e-ecolog.ru