МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения олова

Non-tin bronze.
Methods for the determination of tin

ГОСТ 15027.10—77

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения олова с применением кверцетина, фотометрический метод определения олова с применением фенилфлуорона (при массовой доле олова от 0,01 % до 0,5 %), полярографический метод определения олова (при массовой доле олова от 0,001 % до 0,5 %) и атомно-абсорбционный метод определения олова (при массовой доле олова от 0,01 % до 0,25 % и от 0,25 % до 0,5 %) в бронзах безоловянных по ГОСТ 18175, ГОСТ 614 и ГОСТ 493.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА С ПРИМЕНЕНИЕМ КВЕРЦЕТИНА

2.1. Сущность метода

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

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

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

Перекись водорода 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 МО.

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

1 см^3 раствора содержит 0,01 г меди.

gost.e-ecolog.ru

Олово по ГОСТ 860 марки 01.

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, доливая 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. 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 раствор выпаривают до объема 3—4 см^3, 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 %) или 5 см^3 (при массовой доле олова от 0,1 % до 0,5 %) помещают в делительную воронку вместимостью 150 см^3.

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

Раствор в делительной воронке нейтрализуют аммиаком по каплям до слабощелочной реакции по бумаге конго и затем приливают 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:4, 20 см^3 раствора тиомочевины, разбавляют водой до 50 см^3, вводят 25 см^3 раствора кверцетина в н-бутиловом спирте и энергично встряхивают в течение 5 мин. После раздела фаз нижний водный слой отбрасывают, не допуская остатка водной фазы, а органический слой переливают в сухой стакан вместимостью 50 см^3, содержащий 0,2 г безводного сернокислого натрия, и через 5 мин измеряют оптическую плотность в кювете длиной 10 мм на фотоэлектроколориметре с синим или фиолетовым светофильтром (λ = 420—450 нм) или на спектрофотометре при длине волны 440 нм. Раствором сравнения служит раствор кверцетина в н-бутиловом спирте.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В делительные воронки вместимостью по 150 см^3 отбирают по 10 см^3 стандартного раствора меди (для бронз с массовой долей олова от 0,01 % до 0,1 %, с аликвотной частью 25 см^3) или по 2 см^3 стандартного раствора меди (для бронз с массовой долей олова от 0,1 % до 0,5 %, с аликвотной частью 5 см^3, 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 проводят, как указано в п. 2.3.1.

По найденным величинам оптических плотностей строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

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

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

m — масса навески, соответствующая аликвотной части, г.

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

Таблица 1

Массовая доля олова, %	d, %	D, %	Массовая доля олова, %	d, %	D, %
От 0,01 до 0,03	0,003	0,007	Св. 0,12 до 0,25	0,02	0,05
Св. 0,03 » 0,06	0,006	0,01	» 0,25 » 0,50	0,03	0,07
» 0,06 » 0,12	0,012	0,03			

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

2.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, сопоставлением результатов анализа, полученных фотометрическим и атомно-абсорбционными методами или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4 — 2.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА С ПРИМЕНЕНИЕМ ФЕНИЛФЛУОРОНА ПОСЛЕ ОТДЕЛЕНИЯ НА АНИОНИТЕ

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения олова (IV) с фенилфлуороном после предварительного отделения олова от сопутствующих элементов на аниоците.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Колонка ионнообменная, представляющая собой бюретку вместимостью 20—25 $см^3$ с внутренним диаметром 10—15 $см^3$; верхняя часть бюретки заканчивается капельной воронкой. В нижний конец бюретки закладывают тампон из стеклянной ваты высотой 5 мм, которую предварительно кипятят с соляной кислотой.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:9, 1:20, растворы 5 и 0,1 моль/$дм^3$.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор 1 г/$дм^3$.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Раствор буферный с pH 4,3; готовят следующим образом: 100 г уксуснокислого натрия растворяют в 300 $см^3$ воды, переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, приливают 168 $см^3$ уксусной кислоты и доливают водой до метки.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор 10 г/$дм^3$.

Фенилфлуорон, спиртовой раствор 0,25 г/$дм^3$; готовят следующим образом: 0,025 г фенилфлуорона растворяют в 30 $см^3$ этилового спирта с добавлением 8—10 капель концентрированной серной кислоты при перемешивании. После растворения навески раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают до метки этиловым спиртом.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 5 г/$дм^3$; готовят следующим образом: 0,5 г желатина замачивают в 20 $см^3$ холодной воды и через 20 мин добавляют 80 $см^3$ воды, нагретой до 70 °С, перемешивая раствор до полного растворения навески. Следует пользоваться свежеприготовленным раствором.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 50 и 100 г/$дм^3$.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 10 г/$дм^3$.

Олово по ГОСТ 860 марки 01.

Стандартные растворы олова.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г олова растворяют при нагревании в 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты, добавив пять капель азотной кислоты, выпаривают до появления белого дыма серной кислоты, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:4.

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

Раствор Б; готовят в день применения следующим образом: 25 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и разбавляют до метки серной кислотой, разбавленной 1:9.

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

Анионит АН-1 или ЭДЭ-10П.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1 *Подготовка анионита*

50 г ионообменной смолы фракцией 0,25—0,5 мм замачивают в насыщенном растворе хлористого натрия на 24 ч для набухания. Затем раствор хлористого натрия смывают декантацией и промывают анионит соляной кислотой, разбавленной 1:20, до бесцветного промывного раствора и отрицательной реакции на железо роданистым калием. Смолу последовательно промывают раствором едкого натрия 50 г/дм^3, а затем раствором 100 г/дм^3 до полного удаления хлорид-ионов (реакции с азотнокислым серебром), смолу промывают водой до слабощелочной реакции промывной жидкости. После этого анионит заливают водой, взмучивают и переводят в колонку. Слой смолы в колонке должен быть ровным, без пузырьков воздуха.

Для перевода анионита в хлорформу перед пропусканием анализируемого раствора через анионит пропускают раствор 5 моль/дм^3 соляной кислоты со скоростью 3 см^3/мин в количестве 100—150 см^3.

3.4. Проведение анализа

3.4.1.Навеску бронзы массой 0,5 г (при массовой доле олова 0,01—0,1 %) или 0,1 г (при массовой доле олова 0,1—0,5 %) помещают в стакан вместимостью 150 см^3, добавляют 5 г хлористого натрия и растворяют в 15 см^3 раствора 5 моль/дм^3 соляной кислоты, периодически прибавляя перекись водорода до полного растворения навески. Раствор кипятят 1—2 мин до полного разрушения избытка перекиси водорода. Затем нагревание прекращают, раствор охлаждают, приливают 25 см^3 раствора 5 моль/дм^3 соляной кислоты, обмывают стенки стакана водой (5—7 см^3), прибавляют две капли азотной кислоты, смесь нагревают и кипятят 2—3 мин для удаления окислов азота. Затем нагревание прекращают, раствор охлаждают и пропускают через колонку, заполненную анионитом в хлороформе, со скоростью 3 см^3/мин. Для вымывания сорбированной меди колонку и стакан промывают 200 см^3 раствора 5 моль/дм^3 соляной кислоты со скоростью 3 см^3/мин.

Десорбцию олова проводят 250 см^3 раствора 0,1 моль/дм^3 соляной кислоты с той же скоростью в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и той же кислотой разбавляют до метки. Аликвотную часть раствора, равную 10 см^3, помещают в стакан, приливают 3 см^3 концентрированной серной кислоты и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты.

Соли растворяют в 5 см^3 воды, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 (на ополаскивание стакана используют не более 10 см^3 воды), нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1:1, в присутствии фенолфталеина, затем прибавляют по каплям серную кислоту, разбавленную 1:9, до исчезновения окраски индикатора и еще 10 см^3 в избыток. Раствор перемешивают, приливают 2 см^3 раствора желатина, 5 см^3 раствора фенилфлуорона, 10 см^3 буферного раствора и оставляют на 5 мин. После этого добавляют воду до метки (pH раствора должно быть 1,1—1,2). После добавления каждого реактива раствор перемешивают и по истечении 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре с желто-зеленым светофильтром при длине волны 508 нм в кювете длиной 1 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.4.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью по 50 см^3, последовательно помещают 0, 1, 2, 3, 4 и 5 см^3 стандартного раствора Б олова и доливают до объема 10 см^3 серной кислотой, разбавленной 1:9. Нейтрализуют аммиаком в присутствии фенолфталеина, затем прибавляют по каплям серную кислоту, разбавленную 1:9, до исчезновения окраски индикатора и еще 10 см^3 в избыток и продолжают далее анализ, как указано в п. 3.4.1.

По найденным величинам оптических плотностей строят градуировочный график.

3.5. Обработка результатов

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

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

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

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части, г.

3.5.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

3.5.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа олова проводят по п. 2.4.4.

3.5.3, 3.5.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

4.1. Сущность метода

Метод основан на отделении олова соосаждением с гидроокисью бериллия в аммиачно-хлоридном буферном растворе, содержащем трилон Б, с последующим полярографическим определением олова на солянокислом фоне. Потенциал полуволны (пика) восстановления олова около минус 0,5 В (насыщенный каломельный элемент).

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного тока типа ППТ-1.

Полярограф осциллографический типа ПО-5122 или другой подходящий полярограф переменного тока со всеми принадлежностями.

Ячейка полярографическая, выполненная из стекла, вместимостью 40 см^3, с выносным анодом (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капающим катодом.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Ртуть по ГОСТ 4658 марки Р0, обезвоженная.

Кислота соляная по ГОСТ 3117, концентрированная, разбавленная 1:1 и 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Бериллий азотнокислый, водный раствор 100 г/дм^3.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,1 моль/дм^3.

Олово по ГОСТ 860 марки 00.

Стандартные растворы олова.

Раствор А; готовят следующим образом: навеску олова 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 10—15 см^3 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 кислотой, разбавленной 1:3, и перемешивают.

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

Раствор Б готовят перед применением.

4.3. Проведение анализа

Навеску 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 нитрата бериллия, обмывают стекло и стенки стакана водой, нагревают до 70—80 °С и к горячему раствору добавляют 20 см^3 раствора трилона Б. Раствор вновь нагревают до 80 °С, разбавляют водой до общего объема 150 см^3 и добавляют аммиак до образования растворимого темно-синего аммиачного комплекса меди и еще 5 см^3 аммиака в избыток. Раствор оставляют на горячей бане 30—40 мин, после этого горячим фильтруют через плотный фильтр «синяя лента» и промывают осадок на фильтре 5—7 раз 2 %-ным горячим раствором аммиака.

Таблица 2

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

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

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

После трехкратного переосаждения осадок на фильтре растворяют в 25 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят 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 регистрируется при минус 0,5 В. Чувствительность регистрирующего прибора выбирают так, 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 так же, как при определении олова в анализируемом растворе. Величину стандартной добавки выбирают так, чтобы высота пика олова после введения добавки увеличилась в 1,5—2 раза. Объем стандартной добавки не должен превышать 0,5 см³.

4.4. Обработка результатов

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

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

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

h — высота пика олова при полярографировании анализируемого раствора, мм;

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

V — объем стандартной добавки, см³;

C — концентрация стандартного раствора, г/см³;

m — масса сплава, взятая на полярографирование, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля олова, %	d, %	D, %	Массовая доля олова, %	d, %	D, %
От 0,001 до 0,003	0,0002	0,0005	Св. 0,025 до 0,05	0,005	0,01
Св. 0,003 » 0,006	0,0005	0,001	» 0,05 » 0,1	0,01	0,02
» 0,006 » 0,010	0,001	0,002	» 0,1 » 0,5	0,02	0,05
» 0,01 » 0,025	0,002	0,005			

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4.2а. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

4.4.2б. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

4.4.2а, 4.4.2б. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4.4.3. При разногласиях в оценке качества бронз применяют полярографический метод.

5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА С ФЕНИЛФЛУОРОНОМ ПОСЛЕ ОТДЕЛЕНИЯ СООСАЖДЕНИЕМ С ДВУОКИСЬЮ МАРГАНЦА

5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения олова с фенилфтолуолом в присутствии аскорбиновой и лимонной кислот, маскирующих железо и сурьму, соответственно, после предварительного отделения олова соосаждением с двуокисью марганца.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и раствор 2 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1, и 1:4 и раствор 2 моль/дм^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота аскорбиновая по нормативно-технической документации, раствор 20 г/дм^3, свежеприготовленный.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 200 г/дм^3, свежеприготовленный.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Марганец азотнокислый по ТУ 6—09—4011, раствор 50 г/дм^3.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/дм^3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Ацетон по ГОСТ 2768.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 10 г/дм^3, свежеприготовленный.

Фенилфлуорон, спиртовой раствор 0,5 г/дм^3; готовят следующим образом: 0,05 г фенилфлуорона растворяют при нагревании в 50 см^3 этилового спирта с добавлением 1 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки этиловым спиртом и сохраняют в темном месте.

Олово по ГОСТ 860 с массовой долей олова не менее 99,9 %.

Стандартные растворы олова.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г олова растворяют в 10 см^3 концентрированной серной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки раствором 2 моль/дм^3 серной кислоты и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 25 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки раствором 2 моль/дм^3 серной кислоты и перемешивают.

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

5.3. Проведение анализа

5.3.1. *Для бронз с массовой долей кремния до 0,05 %*

Навеску сплава в зависимости от массой доли олова (см. табл. 4) помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. Окислы азота удаляют кипячением и раствор разбавляют водой до объема 50 см^3. Добавляют 5 см^3 раствора азотнокислого марганца (при массовой доле марганца в сплаве более 2 % раствор азотнокислого марганца не добавляют), раствор нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроокиси меди, добавляют 24 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и воды до объема 90 см^3. Раствор нагревают до кипения, добавляют 10 см^3 раствора марганцовокислого калия и кипятят в течение 2 мин. Через

30 мин осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают стакан и осадок 8—10 раз горячим раствором 1 моль/дм^3 азотной кислоты до исчезновения синей окраски образовавшейся азотнокислой меди. Осадок с развернутого фильтра смывают водой в стакан, в котором проводили осаждение, фильтр промывают 10 см^3 горячего раствора серной кислоты, разбавленной 1:4, содержащего несколько капель раствора перекиси водорода, а затем водой.

Таблица 4

Массовая доля олова, %	Масса навески, г	Объем раствора пробы, см^3	Объем аликвотной части раствора, см^3	Объем 2 моль/дм^3 раствора серной кислоты, см^3	Массовая доля олова, %	Масса навески, г	Объем раствора пробы, см^3	Объем аликвотной части раствора, см^3	Объем 2 моль/дм^3 раствора серной кислоты, см^3
От 0,01 до 0,06	1	100	10	0,5	Св. 0,12 до 0,25	0,5	250	10	0,5
Св. 0,06 » 0,12	1	100	5	1,5	» 0,25 » 0,50	0,5	250	5	1,5

Промытый фильтр отбрасывают, а фильтрат выпаривают до выделения белого дыма серной кислоты. К охлажденному остатку добавляют, при массовой доле олова от 0,01 % до 0,12 % —20 см^3, а при массовой доле олова свыше 0,12 % —50 см^3 раствора 2 моль/дм^3 серной кислоты и раствор переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 4), доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора (см. табл. 4) помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, добавляют указанный в табл. 4 объем раствора 2 моль/дм^3 серной кислоты и поочередно, перемешивая после добавки каждого реактива, добавляют 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 фенилфлуорона, доливают водой до метки и перемешивают. По истечении 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с желто-зеленым светофильтром или на спектрофотометре при длине волны 510 нм в кювете длиной 1 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3.2. *Для бронз с массовой долей кремния свыше 0,05 %*

Навеску сплава (см. табл. 4) помещают в платиновую чашку и растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2—3 см^3 фтористоводородной кислоты при нагревании.

После растворения добавляют 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки чашки ополаскивают 20 см^3 воды, нагревают раствор, переносят в стакан вместимостью 250 см^3, доливают водой до объема 50 см^3, добавляют 5 см^3 раствора азотнокислого марганца и далее анализ проводят, как указано в п. 5.3.1.

5.3.3. *Построение градуировочного графика*

В семь из восьми стаканов вместимостью по 50 см^3 помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 7,0 см^3 стандартного раствора Б олова, растворы выпаривают досуха и охлаждают. Во все стаканы добавляют по 2,5 см^3 раствора 2 моль/дм^3 серной кислоты, нагревают раствор, добавляют по 2 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, охлаждают и далее анализ проводят, как указано в п. 5.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий олова.

По полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

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

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

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

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (*d* — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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* — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

5.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

5.4.3, 5.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ОЛОВА от 0,01 % до 0,25 %)

6.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами олова, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух или ацетилен-закись азота, после предварительного отделения олова соосаждением с двуокисью марганца.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для олова.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и раствор 1,5 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:4 и раствор 2,5 моль/дм^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Марганец азотнокислый по ТУ 6—09—4011, раствор 20 г/дм^3.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/дм^3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Олово по ГОСТ 860 с массовой долей олова не менее 99,9 %.

Стандартный раствор олова; готовят следующим образом: 0,25 г олова растворяют при нагревании в 20 см^3 концентрированной серной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доливают до метки раствором 2 моль/дм^3 серной кислоты и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,0005 г олова.

6.3. Проведение анализа

6.3.1. *Для бронз с массовой долей кремния до 0,05 %*

Навеску сплава в зависимости от массой доли олова (см. табл. 5) помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в азотной кислоте, разбавленной 1:1, объем которой берут в соответствии с указанным в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля олова, %	Масса навески, г	Объем раствора азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, см^3
От 0,01 до 0,10	2	20
Св. 0,10 » 0,25	1	10

Окислы азота удаляют кипячением и раствор разбавляют водой до объема 50 см^3. Доливают 5 см^3 раствора азотнокислого марганца, раствор нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроокиси меди, добавляют 18 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и воды до объема 90 см^3. Раствор нагревают до кипения, добавляют 10 см^3 раствора марганцовокислого калия и кипятят в течение 2 мин. Через 30 мин осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают стакан и осадок 4—5 раз горячим раствором 1,5 моль/дм^3 азотной кислоты. Осадок с развернутого фильтра смывают водой в стакан, в котором проводили осаждение, фильтр промывают 10 см^3 горячего раствора серной кислоты, разбавленной 1:4, содержащего несколько капель раствора перекиси водорода, а затем водой. Промытый фильтр отбрасывают, а раствор выпаривают до влажных солей. После охлаждения добавляют 8 см^3 раствора 1 моль/дм^3 соляной кислоты, переносят в мерную колбу или градуировочную пробирку вместимостью 10 см^3 и доливают до метки раствором 1 моль/дм^3 соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию олова в пламени ацетилен-воздух или ацетилен-закись азота при длине волны 224,6 или 286,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

6.3.2. *Для бронз с массовой долей кремния свыше 0,05 %*

Навеску сплава (см. табл. 5) помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в азотной кислоте, разбавленной 1:1, объем которой берут в соответствии с указанным в табл. 5, и 2 см^3 фтористоводородной кислоты. После растворения добавляют 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки чашки ополаскивают 20 см^3 воды, нагревают раствор, переносят в стакан вместимостью 250 см^3, доливают водой до объема 50 см^3, добавляют 5 см^3 раствора азотнокислого марганца и далее анализ проводят, как указано в п. 6.3.1.

6.3.3. *Построение градуировочного графика*

В семь из восьми стаканов вместимостью по 250 см^3 помещают 0,4; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см^3 стандартного раствора олова. Во все стаканы добавляют воду до объема 50 см^3, добавляют по 5 см^3 раствора азотнокислого марганца и далее анализ проводят как указано в п. 6.3.1.

По полученным данным строят градуировочный график.

6.4. Обработка результатов

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

$$X_4 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100 ,$$

где C — концентрация олова, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем конечного раствора пробы, см^3;

m — масса навески, г.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

6.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа по Государственным стандартным образцам проводят по п. 2.4.4.

6.4.3, 6.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

7. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ОЛОВА от 0,25 % до 0,5 %)

7.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами олова, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен—воздух или ацетилен—закись азота.

7.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для олова.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 2 и 1 моль/дм^3.

Смесь кислот; готовят следующим образом: объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

Олово по ГОСТ 860 с массовой долей олова не менее 99,9 %.

Стандартные растворы олова.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г олова растворяют на водяной бане в 10 см^3 смеси кислот, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки раствором 2 моль/дм^3 соляной кислоты.

1 см^3 раствора А содержит 0,005 г олова.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки раствором 2 моль/дм^3 соляной кислоты.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0005 г олова.

7.3. Проведение анализа

7.3.1. Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 смеси кислот.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, ополаскивают стенки стакана раствором 1 моль/дм^3 соляной кислоты и доливают до метки той же кислотой.

Измеряют атомную абсорбцию олова в пламени ацетилен—воздух или ацетилен—закись азота при длине волны 224,6 или 286,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

7.3.2. *Построение градуировочного графика*

В десять из одиннадцати мерных колб вместимостью по 100 см^3 помещают 4,0; 10,0 см^3 стандартного раствора Б и 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 14,0 см^3 стандартного раствора А олова. Все колбы доливают до метки раствором 2 моль/дм^3 соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию олова, как указано в п. 7.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

7.4. Обработка результатов

7.4.1. Массовую долю олова (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100 ,$$

где C — концентрация олова, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески, г.

7.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

7.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, проведенных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

7.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа олова проводят по п. 2.4.4.

7.4.3, 7.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.77 № 1614

3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.10—69

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1528—79.
Стандарт соответствует ИСО 4751—84 в части бронз безоловянных

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 61—75	3.2	ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 199—78	3.2	ГОСТ 4461—77	3.2, 4.2, 5.2, 6.2, 7.2
ГОСТ 493—79	Вводная часть	ГОСТ 4658—73	4.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 6006—78	2.2
ГОСТ 859—2001	2.2	ГОСТ 6344—73	2.2
ГОСТ 860—75	2.2, 3.2, 4.2, 5.2, 6.2, 7.2	ГОСТ 9293—74	4.2
ГОСТ 1277—75	3.2	ГОСТ 10484—78	5.2, 6.2
ГОСТ 2768—84	5.2	ГОСТ 10652—73	4.2
ГОСТ 3117—78	4.2	ГОСТ 10929—76	2.2, 3.2, 5.2, 6.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 7.2	ГОСТ 11293—89	3.2, 5.2
ГОСТ 3652—69	5.2	ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2, 4.2, 5.2, 6.2	ГОСТ 18300—87	3.2, 5.2
ГОСТ 4139—75	3.2	ГОСТ 20490—75	5.2, 6.2
ГОСТ 4166—76	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4, 4.4.2б
ГОСТ 4204—77	3.2, 4.2, 5.2, 6.2	ТУ 6—09—4011—75	5.2, 6.2
ГОСТ 4233—77	2.2, 3.2		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)

gost.e-ecolog.ru