УДК 669.15'28—198 : 543.06 : 354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОМОЛИБДЕН

Методы определения олова

Ferromolybdenum. Methods for determination of tin

ГОСТ 13151.9—82

(СТ СЭВ 2870—81)

Взамен ГОСТ 13151.9—77

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 мая 1982 г. № 2119 срок действия установлен

с 01.01. 1983 г.
до 01.01. 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает полярографический и фотометрический методы определения олова в ферромолибдене (при массовой доле олова от 0,005 до 0,050%).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2870—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на выделении олова (IV) соосаждением с гидроокисью бериллия при pH—8. Влияние железа и молибдена устраняют добавлением трилона Б. Полярографирование олова проводят в переменно-токовом режиме на фоне соляной кислоты.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф электронный, переменно-токовый, обеспечивающий чувствительность 0,005% со всеми принадлежностями.

Баллон с аргоном, азотом или водородом, не содержащими кислород.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

Переиздание. Август 1984 г.

gost.e-ecolog.ru

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,02%-ный раствор.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 10%-ный свежеприготовленный раствор.

Промывная жидкость: к 30 см³ свежеприготовленного раствора трилона Б приливают 13 см³ аммиака и воды до объема 600 см³.

Индикаторы.

Феноловый красный по ГОСТ 4599—73, 0,1%-ный раствор: 100 мг индикатора растворяют в 50 см³ воды с добавлением 5,7 см³ раствора гидроокиси натрия и разбавляют водой до объема 100 см³.

Бериллия окись, раствор с массовой концентрацией бериллия, равной 0,001 г/см³: 0,578 г окиси бериллия растворяют в 2 см³ серной кислоты, приливают 50 см³ воды, перемешивают раствор, охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки, перемешивают. При отсутствии окиси бериллия раствор можно приготовить из соли бериллия сернокислого, 4-водного: 3,92 г бериллия сернокислого растворяют в 2 см³ серной кислоты и разбавляют водой до метки 200 см³.

Железо (III) азотнокислое 9-водное по ГОСТ 4111—74, 5%-ный раствор: 72,32 г азотнокислого железа растворяют при нагревании в 150 см³ воды, отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 200 см³, охлаждают, доливают до метки и перемешивают.

Олово металлическое по ГОСТ 860—75.

Стандартные растворы олова.

Раствор А: 0,1 г олова растворяют в 20 см³ серной кислоты при нагревании. Раствор охлаждают, переносят серной кислотой (1 : 4) в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают до метки этой же кислотой и перемешивают.

Массовая концентрация олова в растворе А равна 0,0001 г/см³.

Раствор Б: 5 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки серной кислотой (1 : 4) и перемешивают.

Массовая концентрация олова в растворе Б равна 0,000005 г/см³.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Массу навески ферромолибдена в зависимости от массовой доли олова определяют по табл. 1.

Навеску помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ азотной кислоты (1 : 1), 5 см³ серной кислоты (1 : 1) и выпаривают раствор до паров серной кислоты. Соли растворяют в 30 см³ воды, приливают 30 см³ раствора трилона Б, 8 см³ раствора сернокислого бериллия. Раствор кипятят в течение 3 мин. До-

бавляют 2—3 капли раствора индикатора фенолового красного и аммиак до изменения окраски раствора и еще 1—2 см³ аммиака в избыток. Раствор кипятят в течение 3 мин и быстро охлаждают в воде до температуры 15—18°С. Осадок отфильтровывают на фильтре средней плотности. Стакан и фильтр промывают 30 см³ промывной жидкости. Осадок на фильтре растворяют 50 см³ соляной кислоты (1 : 1) в тот же стакан, в котором велось осаждение. Растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Масса навески, г
От 0,005 до 0,010	0,50
Св. 0,010 » 0,050	0,25

Для удаления кислорода через раствор продувают аргон, водород или азот в течение 5 мин и полярографируют олово при потенциале пика минус 0,46 В относительно ртутного анода.

Массовую долю олова в испытуемом растворе определяют по градуировочному графику.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в семь стаканов из восьми вместимостью по 250 см³ помещают 3,0; 5,0; 6,0; 10,0; 12,0; 15,0; 25,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000015; 0,000025; 0,000030; 0,000050; 0,000060; 0,000075; 0,000125 г олова. В каждый из восьми стаканов приливают раствор, азотнокислого железа в количестве, соответствующем массовой доле железа в испытуемой пробе, по 20 см³ азотной кислоты (1 : 1), далее анализ проводят как указано в п. 2.3.1.

Раствор восьмого стакана, содержащий все применяемые при построении градуировочного графика реактивы, кроме стандартного раствора, служит для проведения контрольного опыта.

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, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,010	0,004
Св. 0,010 » 0,020	0,006
» 0,020 » 0,050	0,008

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции взаимодействия олова в сернокислой среде с *п*-нитрофенилфлуороном с образованием коллоидного соединения, окрашенного в оранжево-красный цвет, стабилизируемого желатином.

Отделение олова от мешающих компонентов проводят осаждением тионалидом в растворе серной кислоты в присутствии сернокислой меди в качестве коллектора.

Влияние молибдена устраняют комплексообразованием лимонной кислоты. Трехвалентное железо восстанавливают до двухвалентного состояния гидроксиламином.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 536 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 500 до 550 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 4.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 50%-ный раствор.

Кислота аскорбиновая, 5%-ный раствор.

Гидроксиламин сернокислый по ГОСТ 7298—79.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78, 1%-ный раствор.

Тионалид, 1%-ный спиртовой раствор.

Квасцы алюмо-аммонийные по ГОСТ 4238—77, 2%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 2,5%-ный раствор.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, 5%-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Желатин по ГОСТ 23058—78, 0,5%-ный раствор.

Бумага индикаторная конго.

Вода бидистиллированная.

n-Нитрофенилфлуорон, 0,05%-ный спиртовой раствор: 0,025 г *n*-нитрофенилфлуорона растворяют в 45 см³ спирта, прибавляют 1 см³ соляной кислоты (1 : 1) и нагревают до растворения. Раствор охлаждают, разбавляют спиртом до 50 см³ и перемешивают.

Олово металлическое по ГОСТ 860—75.

Стандартные растворы олова.

Раствор А: 0,1 г металлического олова растворяют в 30 см³ соляной кислоты (1 : 1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки той же соляной кислотой и перемешивают.

Массовая концентрация олова в растворе А равна 0,0001 г/см³.

Раствор Б: 100 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, прибавляют 200 см³ соляной кислоты (1 : 1), доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация олова в растворе Б равна 0,00001 г/см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Массу навески ферромолибдена в зависимости от массовой доли олова определяют по табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля олова, %	Масса навески, г
От 0,005 до 0,03	1,0
Св. 0,03 » 0,05	0,5

Навеску помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют при комнатной температуре в 30 см³ раствора азотной кислоты (1 : 1). Для более полного растворения навески раствор умеренно нагревают. По окончании растворения прибавляют 20 см³ серной кислоты и выпаривают до выделения паров серной кислоты. После охлаждения соли растворяют в воде, к раствору прибавляют 50 см³ раствора лимонной кислоты, 2 г сернокислого гидроксиламина, 1 см³ раствора сернокислой меди, воды до объема 150 см³ и затем при перемешивании 30 см³ раствора тионалида.

Через 2—3 ч осадок тионалидата олова отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 8—10 раз холодной бидистиллированной водой. Фильтр с осадком помещают в тот же стакан, в котором проводилось осаждение тионалидом, прибавляют 20 см³ азотной кислоты, 20 см³ серной кислоты и умеренно нагревают до выделения обильных паров серной кислоты. Если раствор желтый, прибавляют 50 см³ азотной кислоты и вновь выпаривают до выделения паров серной кислоты. Выпаривание с азотной и серной кислотами повторяют до получения бесцветного раствора.

После охлаждения соли растворяют в 30—40 см³ воды. К раствору прибавляют 10 см³ раствора алюмо-аммонийных квасцов, аммиака до выпадения осадка гидроокисей и нагревают в течение 2—3 мин. Осадок отфильтровывают на фильтре средней плотности и промывают 4—5 раз горячей водой с добавлением небольшого количества аммиака. Фильтрат отбрасывают. Осадок на фильтре растворяют в 15—20 см³ горячей соляной кислоты (1 : 1), собирая фильтрат в стакан, в котором производилось осаждение гидроокисей. Фильтр промывают 3—4 раза горячей бидистиллированной водой и отбрасывают.

Раствор из стакана переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки той же соляной кислотой и перемешивают.

10 см³ аликвотной части раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, нейтрализуют аммиаком по индикаторной бумаге конго до изменения ее окраски в красный цвет. Прибавляют по каплям серную кислоту (1 : 4) до изменения цвета индикаторной бумаги в синий и затем добавляют 0,7 см³ серной кислоты (1 : 1). Прибавляют при перемешивании 5 см³ раствора марганцовокислого калия, через 3 мин 4 см³ раствора аскорбиновой кислоты и перемешивают. Когда раствор обесцветится, прибавляют 1 см³ раствора щавелевокислого аммония, 8 см³ спирта, 0,5—1,0 см³ раствора желатина, 1,5 см³ раствора *п*-нитрофенилфлуорона, добавляют воду до метки и перемешивают. Через 60 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 500 до 550 нм.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

Массовую долю олова находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

3.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть стаканов из семи вместимостью по 250 см³ помещают 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030 г олова. В каждый стакан прибавляют по 30 см³ азотной кислоты (1 : 1), по 20 см³ серной кислоты и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты, далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

Раствор седьмого стакана, содержащий все применяемые при построении градуировочного графика реактивы, кроме стандартного раствора, служит для проведения контрольного опыта.

Градуировочный график строят по найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям олова.

3.4. Обработку результатов

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

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

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

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

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Изменение № 1 ГОСТ 13151.9—82 Ферромолибден. Методы определения олова

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 01.06.87 № 1785

Дата введения 01.01.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0309.

Пункт 2.1 после слов «на фоне» дополнить значением: 3 моль/дм³.

Пункт 2.2. Заменить слова: «0,02 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 0,2 г/дм³»; «10 %-ный свежеприготовленный раствор» на «свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³»; «0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³»; «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³»; исключить ссылку: ГОСТ 4599—73.

Пункты 2.4.2, 3.4.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2».

(Продолжение см. с. 80)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13151.9—82)

Пункт 3.2. Заменить слова и ссылку: «50 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 500 г/дм³»; «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³» (2 раза); «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³»; «1 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³»; «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³»; «2,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 25 г/дм³»; «0,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³»; «0,05 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор с массовой концентрацией 0,5 г/дм³»; «по ГОСТ 5962—67» на «технический по ГОСТ 18300—72».

(ИУС № 9 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 13151.9—82 Ферромолибден. Методы определения олова

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (отчет Технического секретариата № 2 от 15.04.94)

Дата введения 1995—07—01

Под обозначением стандарта исключить обозначение: **(СТ СЭВ 2870—81).**

Вводная часть. Заменить значение: 0,050 % на 0,12 %; последний абзац исключить.

Раздел 1. Заменить ссылки: ГОСТ 13020.0—75 на ГОСТ 28473—90, ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 26201—84.

Пункт 2.2. Исключить ссылку: ГОСТ 4599—73.

Пункт 2.3.1. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Масса навески, г
От 0,005 до 0,01 включ.	0,5
Св. 0,01 » 0,05 »	0,25
» 0,05 » 0,12 »	0,1

Пункт 2.4.2 и таблицу 2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли олова приведены в табл. 2.

(Продолжение см. с. 24)

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 0,005 до 0,010 включ.	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
Св. 0,01 » 0,02 »	0,005	0,006	0,005	0,006	0,003
» 0,02 » 0,05 »	0,009	0,011	0,009	0,011	0,006
» 0,05 » 0,12 »	0,014	0,017	0,014	0,018	0,009

Пункт 3.2. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.3.1. Таблицу 3 изложить в новой редакции:

Таблица 3

Массовая доля олова, %	Масса навески, г
От 0,005 до 0,03 включ.	1,0
Св. 0,03 » 0,05 »	0,5
» 0,05 » 0,12 »	0,25

Пункт 3.3.2. Последний абзац. Заменить слово: «содержаниям» на «массам».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли олова приведены в табл. 2».

(ИУС № 3 1995 г.)

gost.e-ecolog.ru