УДК 669.26.546.811.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

Методы определения олова

Metallic chrome.
Methods for determination of tin

ГОСТ 13020.15—85

Взамен ГОСТ 13020.15—75

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1415 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает полярографический (при массовой доле олова от 0,002 до 0,005 %) и флотационно-фотометрический (при массовой доле олова от 0,001 до 0,005 %) методы определения олова в металлическом хроме.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде стружки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916—79.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на полярографировании олова в растворе соляной кислоты при потенциале пика минус 0,48 В относительно ртутного анода. Олово предварительно отделяют тионалидом.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярографы переменнотоковый или осциллографический любого типа со всеми принадлежностями.

Баллон с аргоном, азотом или водородом, не содержащим кислорода.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77 или по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—78 или по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 14262—78 или по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:3 и 1:4.

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815—76.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, 25 %-ный раствор.

Водорода перекись по ГОСТ 177—77.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1 %-ный раствор.

Гидроксиламин сернокислый по ГОСТ 5456—79.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Тионалид, 1 %-ный спиртовой раствор.

Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329—77, 1 %-ный раствор.

Железо, восстановленное водородом.

Индикатор универсальный, бумага.

Олово металлическое.

Стандартные растворы олова:

раствор А: 0,1000 г олова растворяют в 20 см³ серной кислоты при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ серной кислотой (1:4), охлаждают, доливают до метки этим же раствором и перемешивают.

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

раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки серной кислотой (1:4).

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

Раствор готовят в день применения.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 1,0 г помещают в колбу вместимостью 500 см³, приливают 50 см³ серной кислоты (1:3), колбу накрывают часовым стеклом и нагревают содержимое колбы до растворения навески. Раствор охлаждают, приливают 200 см³ воды, прибавляют 2 г сернокислого гидроксиламина и 40 см³ спиртового раствора тионалида. Растворы в колбе взбалтывают в течение 2—3 мин. Выпавший творожистый осадок через 2 ч отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 8—10 раз холодной водой. Осадок смывают в колбу, где проводилось осаждение, приливают 50 см³ азотной кислоты, нагревают до растворения осадка, приливают 5 см³ серной кислоты и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. После этого прибавляют по каплям перекись водорода до полного просветления раствора. Затем к раствору приливают 10 см³ азотной кислоты, 150—200 см³ воды, 5 см³ азотнокислого серебра и 20 см³ надсернокислого аммония. Раствор кипятят в течение 10—15 мин, охлаждают, приливают

60—70 см³ воды, 5 см³ алюмокалиевых квасцов и аммиак до pH 8—9.

Раствор с выпавшим осадком гидроокисей металлов нагревают в течение 5 мин, затем отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности и промывают 4—5 раз горячей водой, фильтрат отбрасывают.

Осадок растворяют на фильтре 10—15 см³ раствора горячей соляной кислоты. Фильтр промывают той же соляной кислотой порциями по 2—3 см³. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают до метки раствором соляной кислоты, перемешивают и переливают в сухой стакан. Прибавляют 0,3—0,5 г аскорбиновой кислоты или железа, восстановленного водородом. Раствор оставляют до полного обесцвечивания, периодически взбалтывая. При применении железа избыток его отфильтровывают на фильтр, содержащий несколько крупинок металлического железа, при применении аскорбиновой кислоты — через раствор в течение 5 мин пропускают аргон (азот или водород). Раствор переливают в электролизер и полярографируют при потенциале пика минус 0,48 В относительно анодной ртути.

2.3.2. Содержание олова в испытуемом растворе определяют либо методом сравнения со стандартным раствором сернокислого олова, либо методом градуировочного графика, либо методом добавок.

2.3.2.1. При применении метода сравнения в зависимости от массовой доли олова в испытуемом растворе определяют соответствующий объем стандартного раствора Б. Отобранный объем стандартного раствора помещают в колбу вместимостью 500 см³, приливают 50 см³ серной кислоты (1:3) и далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.

2.3.2.2. При применении метода градуировочного графика в семь колб из восьми вместимостью 500 см³ каждая помещают 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000025; 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004 и 0,00005 г олова. Восьмая колба, не содержащая стандартного раствора Б, служит для проведения контрольного опыта на содержание олова в реактивах. В каждую из восьми колб приливают по 50 см³ серной кислоты (1:3) и далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.

2.3.2.3. При применении метода добавок к навеске пробы добавляют такое количество стандартного раствора олова, чтобы высота пика, полученного при полярографировании раствора пробы с добавкой стандартного раствора, составляла не более двухкратной высоты пика, полученного при полярографировании раствора пробы.

Далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю олова (X) в процентах в зависимости от метода определения его в растворе пробы вычисляют по формулам:

Для метода сравнения

$$X = \frac{hm_1}{h_1 m} \cdot 100,$$

где h — высота пика, полученного при полярографировании раствора пробы, мм;

m_1 — масса олова в стандартном растворе, взятом для полярографирования, г;

h_1 — высота пика, полученного при полярографировании стандартного раствора, мм;

m — масса навески, г.

Для метода градуировочного графика

$$X_1 = \frac{m_2}{m} \cdot 100,$$

где m_2 — масса олова в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, г.

Для метода добавок

$$X_2 = \frac{h \cdot m_3}{(h_2 - h) \cdot m} \cdot 100,$$

где h — высота пика, полученного при полярографировании раствора пробы без добавки стандартного раствора, мм;

m_3 — масса олова, добавленного к навеске пробы, г;

h_2 — высота пика, полученного при полярографировании раствора пробы с добавкой стандартного раствора, мм;

m — масса навески, г.

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

Массовая доля олова, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0002 до 0,0005 включ.	0,0002
Св. 0,0005 » 0,001 »	0,0005
» 0,001 » 0,002 »	0,001
» 0,002 » 0,005 »	0,002

3. ФЛОТАЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на флотации красного комплексного соединения олова (IV) с галлеином из водных растворов при pH 1,4 и последующем растворении осадка в смеси бензола или толуола и этилового спирта. Олово предварительно отделяют от хрома окислением последнего до хрома (VI) надсернокислым аммонием и осаждением гидроокисей металлов аммиаком.

Оптическую плотность комплекса измеряют на спектрофотометре при длине волны 490 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 490 до 530 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

РН-метр.

Кислота серная по ГОСТ 14262—78 или по ГОСТ 4204—77, 20 и 7 %-ный растворы и разбавленная 1:3 и 1:4.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—78 или по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77 или по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:3.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77.

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815—76.

Смесь кислот винной и аскорбиновой, свежеприготовленная: по 5 г каждой кислоты растворяют в 20—30 $см^3$ воды, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:100.

Галлеин (пирогаллофталеин), 0,1 %-ный спиртовой раствор: 0,1 г галлеина помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$ и растирают стеклянной палочкой с 0,5 $см^3$ соляной кислоты, затем приливают 50 $см^3$ этилового спирта и оставляют на сутки. Затем раствор фильтруют через быстрофильтрующий фильтр в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, промывают фильтр несколько раз спиртом и фильтр отбрасывают. Раствор доливают спиртом до метки и перемешивают.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

Перекись водорода по ГОСТ 177—79.

Железо (III) сернокислое 9-водное по ГОСТ 9485—74, раствор массовой концентрацией железа 10 мг/$см^3$: 50 г сернокислого железа растворяют при слабом нагревании в 500 $см^3$ воды, содержащей 5 $см^3$ серной кислоты, фильтруют и разбавляют водой до 1 $дм^3$ и перемешивают.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,25 %-ный раствор.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, 25 %-ный раствор.

Олово металлическое.

Стандартные растворы олова:

раствор А: 0,1000 г металлического олова растворяют в 20 см³ серной кислоты при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ серной кислотой (1:4), охлаждают, доливают до метки этим же раствором и перемешивают.

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

раствор Б: 10 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки серной кислотой (1:4).

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

3.3. Проведение анализа

3 3 1. Навеску пробы массой 1,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ и растворяют в 20 см³ серной кислоты (1:3). После растворения навески раствор окисляют азотной кислотой, приливают 2 см³ раствора сернокислого железа и выпаривают до начала выделения паров серной кислоты. Соли растворяют при нагревании в 50 см³ воды, разбавляют водой до 300 см³, приливают 25 см³ азотнокислого серебра, 100 см³ надсернокислого аммония и окисляют хром при умеренном нагревании. Избыток надсернокислого аммония разрушают кипячением раствора. Затем приливают аммиак до выпадения осадка и 10 см³ в избыток, нагревают и оставляют на 15—20 мин в теплом месте для коагуляции осадка, который фильтруют через быстрофильтрующий фильтр, промывают 4—5 раз горячим раствором аммиака (1:100). Фильтрат отбрасывают Осадок растворяют в 20 см³ серной кислоты (1:4), собирая раствор в колбу, в которой проводилось осаждение гидроокисей металлов, приливают 15 см³ азотнокислого серебра, 50 см³ надсернокислого аммония и проводят окисление оставшегося хрома и осаждение гидроокисей металлов аммиаком, как указано выше.

Осадок с фильтра смывают горячей водой в колбу, где велось осаждение гидроокисей металлов. Фильтр обмывают 10 см³ раствора соляной кислоты и вновь водой. Приливают 1 см³ перекиси водорода и выпаривают при умеренном нагревании до 40 см³, затем охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 25 см³ помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 4 см³ смеси кислот, перемешивают и выдерживают 1—2 мин. Затем приливают 2 см³ спиртового раствора галлеина, объем доводят водой до 50 см³ и устанавливают pH 1,4 на pH-метре, приливая раствор аммиака. Содержимое стакана переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³ небольшим количеством воды, дают постоять в течение 30 мин,

приливают 10 см³ бензола или толуола и встряхивают раствор 2 мин.

После разделения фаз водную фазу отбрасывают. К органической фазе приливают 7 см³ этилового спирта и, перемешивая, растворяют осадок в делительной воронке. Из делительной воронки раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³. Стенки воронки обмывают этиловым спиртом, им же доливают колбу до метки и перемешивают. Оптическую плотность измеряют на спектрофотометре при длине волны 490 нм или на фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 490 до 530 нм.

Раствором сравнения служит смесь бензола или толуола с этиловым спиртом в соотношении 2:3.

Массу олова находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы или методом сравнения по стандартным образцам металлического хрома близким по составу к анализируемому металлическому хрому и проведенным через все стадии анализа.

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть колб вместимостью по 500 см³ помещают по 20 см³ серной кислоты (1:3), по 5 см³ азотной кислоты и нагревают. К нагретому раствору приливают по 2 см³ раствора сернокислого железа. К содержимому пяти колб из шести приливают соответственно 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004 и 0,00005 г олова.

Шестая колба, не содержащая стандартного раствора Б, служит для проведения контрольного опыта на содержание олова в реактивах. Растворы выпаривают до начала выделения паров серной кислоты. Далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующему им содержанию олова строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю олова (X) в процентах, определенную методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески, г.

3.4.2. Массовую долю олова (X_1) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C(D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где C — массовая доля олова в стандартном образце, %;

D — оптическая плотность анализируемого раствора металлического хрома;

D_1 — оптическая плотность раствора стандартного образца;

D_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта.

3.4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Изменение № 1 ГОСТ 13020.15—85 Хром металлический. Методы определения олова

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.10.86 № 3087 срок введения установлен

с 01.07.87

На обложке и первой странице под обозначением стандарта указать обозначение: **(СТ СЭВ 5281—85).**

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает полярографический (при массовой доле олова от 0,0002 до 0,005 %), флотационно-фотометрический с галлеином и фотометрический с фенилфлуороном (при массовой доле олова от 0,001 до 0,005 %) методы определения олова в металлическом хроме.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5281—85»

Пункт 2.1 после слов «ртутного анода» дополнить словами «или насыщенного каломельного электрода».

Пункт 2.2. Заменить слова: «Железо, восстановленное водородом» на «Железо металлическое, не содержащее олово»;

дополнить абзацами (после пятнадцатого):

«Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78, раствор 10 г/дм^3.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77»;

заменить ссылку: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84;

исключить ссылку: ГОСТ 4815—76.

Пункт 2.3.1. Первый абзац после слов «2 г сернокислого гидроксиламина» дополнить словами: «1 см^3 раствора сернокислой меди»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Осадок растворяют на фильтре 10—15 см^3 раствора горячей соляной кислоты. Фильтр промывают той же соляной кислотой порциями по 2—3 см^3».

Раздел 2 дополнить пунктами — 2.3.1.1, 2.3.1.2: «2.3.1.1. При полярографировании относительного ртутного анода раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доливают до метки раствором соляной кислоты, перемешивают и переливают в стакан. Прибавляют 0,1—0,2 г аскорбиновой кислоты или металлического железа. Раствор оставляют до полного обесцвечивания, периодически взбалтывая. При применении железа, избыток его отфильтровывают на фильтр, содержащий несколько крупинок металлического железа, при применении аскорбиновой кислоты — через раствор в течение 5 мин пропускают аргон (азот или водород). Раствор переливают в электролизер и полярографируют при потенциале пика от минус 0,48 В относительно анодной ртути.

2.3.1.2. При полярографировании относительно насыщенного каломельного электрода раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, прибавляют 0,2 г хлористого натрия, перемешивают до его растворения, доливают до метки раствором соляной кислоты и перемешивают. Раствор переносят в стакан и пропускают через него в течение 5 мин аргон (азот, водород), переносят в электролизер и полярографируют при потенциале пика минус 0,48 В относительно каломельного электрода».

Пункт 2.3.2. Заменить слово: «Содержание» на «Массовую долю».

Пункт 3.2. Третий абзац изложить в новой редакции: «Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78 или по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:3 и 1:4»;

пятый абзац дополнить словами: «и раствор с молярной концентрацией 0,2 моль/дм^3»;

после слов «Раствор доливают спиртом до метки и перемешивают» дополнить абзацами: «При необходимости раствор галлеина очищают: в делительную воронку вместимостью 2 дм^3 приливают 250 см^3 раствора хлористого калия, 323 см^3 раствора соляной кислоты, 0,2 моль/дм^3, 427 см^3 воды и перемешивают. Затем в делительную воронку вливают 100 см^3 раствора галлеина и 80 см^3 бен-

(Продолжение см. с. 64)

зола. Смесь встряхивают в течение 5 мин. Органическую фазу, содержащую продукты окисления галлеина, отбрасывают. К раствору вновь приливают 80 см³ бензола и встряхивают. Органическую фазу отбрасывают. Экстракцию с бензолом повторяют до обесцвечивания бензольного экстракта. Водную фазу, содержащую 1 г/дм³ галлеина, переливают в склянку и хранят в темном месте не более 5 сут

Калий хлористый 2-водный по ГОСТ 4161—77, раствор с молярной концентрацией 0,2 моль/дм³»,

заменить ссылки: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84, ГОСТ 177—79 на ГОСТ 177—77.

Пункт 3 3 1, Третий абзац Заменить слова «Затем приливают 2 см³ спиртового раствора галлеина» на «Затем приливают 2 см³ спиртового раствора или 20 см³ водного раствора (очищенного) галлеина»

Стандарт дополнить разделом — 4

«4 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4 1 Сущность метода

Метод основан на образовании оранжево-красного комплексного соединения олова (IV) с фенилфлуороном, стабилизируемого желатином в растворе серной кислоты с молярной концентрацией 0,5—0,65 моль/дм³.

Оптическую плотность комплекса измеряют на спектрофотометре при длине волны 510 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 480 до 530 нм От мешающих элементов олово отделяют тионалидом в присутствии коллектора — меди с последующим осаждением гидроксидов металлов аммиаком

4 2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78 или по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 1, 1 3, 1 4 и 1 50

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84 или по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 3

Кислота аскорбиновая, раствор 50 г/дм³, свежеприготовленный.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:50.

Медь (II) сернокислая 5 водная по ГОСТ 4165—78, раствор 10 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Тионалид спиртовой раствор 10 г/дм³.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 1 г/дм³.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, свежеприготовленный раствор 250 г/дм³

Железо (III) сернокислое 9 водное по ГОСТ 9485—74, раствор 10 г/дм³

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74, свежеприготовленный раствор 20 г/дм³

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор 10 г/дм³

Желатин по ГОСТ 23058—78 свежеприготовленный раствор 10 г/дм³.

Индикаторная бумага Конго

Индикатор универсальный, бумага

Эфир этиловый уксусной кислоты

Фенилфлуорон, спиртовой раствор 0,3 г/дм³: 0,03 г фенилфлуорона растворяют на водяной бане в 20—30 см³ теплого спирта, содержащего 1 см³ серной кислоты (1 1) и охлаждают Переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают спиртом до метки и перемешивают Хранят в темном месте.

При необходимости фенилфлуорон перекристаллизовывают:

2 г фенилфлуорона помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ эфира, 15 см³ серной кислоты и тщательно перемешивают. Не охлаждая, к раствору приливают 150 см³ воды. Выпавший осадок отфильтровывают под вакуумом на плотный фильтр, помещенный в воронку Бюхнера, не-

(Продолжение см. с. 65)

сколько раз промывают эфиром, расходуя на промывание не более 100 см³. Промытый осадок помещают в стакан, приливают 100 см³ воды, перемешивают и выдерживают на горячей водяной бане при температуре (85±5) °С в течение 1 ч. Осадок отфильтровывают под вакуумом на плотный фильтр, помещенный на воронку Бюхнера, промывают несколько раз водой и высушивают на воздухе.

Олово металлическое по ГОСТ 860—75.

Стандартные растворы олова

раствор А: 0,1000 г олова растворяют в 20 см³ серной кислоты при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ серной кислотой (1:4) охлаждают, доливают до метки этим же раствором и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора А содержит 0,0001 г олова.

раствор Б: 10,0 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки раствором серной кислоты (1:4).

1 см³ стандартного раствора Б содержит 0,00001 г олова. Раствор готовят перед применением.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску пробы массой 1,0 г помещают в колбу вместимостью 500 см³, приливают 40 см³ серной кислоты (1:3), колбу накрывают часовым стеклом и нагревают, не выпаривая, до растворения навески. Раствор охлаждают, приливают 100 см³ воды, 100 см³ раствора сернокислого гидразина, 1 см³ раствора сернокислой меди и 40 см³ раствора тионалида. Раствор в колбе взбалтывают в течение 2—3 мин. Выпавший творожистый осадок через 2 ч отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 8—10 раз холодной водой.

Осадок смывают в колбу, в которой проводилось осаждение. Фильтр обмывают 10—15 см³ горячего раствора азотной кислоты, затем горячей водой, присоединяя промывные воды к содержимому колбы. Приливают 50 см³ азотной кислоты, затем 5 см³ серной кислоты (1:1) и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. Во время выделения паров серной кислоты прибавляют по каплям перекись водорода до полного просветления раствора. Затем к раствору приливают 10 см³ азотной кислоты, 150—200 см³ воды, 5 см³ раствора азотнокислого серебра, 20 см³ надсернокислого аммония и раствор кипятят в течение 10—15 мин. Раствор охлаждают до 60—70 °С, приливают 2 см³ раствора сернокислого железа и аммиак до pH 8—9 (по универсальной индикаторной бумаге) Раствор с осадком оставляют стоять в теплом месте в течение 10—15 мин, затем отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности и промывают 5—6 раз горячим раствором аммиака. Фильтрат отбрасывают.

Осадок на фильтре растворяют в 5 см³ горячей серной кислоты (1:3) в колбе вместимостью 100 см³. Фильтр промывают 4—5 раз горячей серной кислотой (1:50), собирая промывные воды в ту же колбу. Колбу, в которой велось осаждение гидроксидов, обмывают 5—7 см³ серной кислоты (1:3) и присоединяют к основному фильтрату. Объем раствора должен быть не более 50 см³.

4.2.1.1. При массовой доле олова свыше 0,003 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки, перемешивают. В колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть 50 см³.

4.2.2. Весь раствор, полученный по п. 4.2.1, или его аликвотную часть, полученную по п. 4.2.1.1, нейтрализуют аммиаком до pH 4—5 (по бумаге Конго). Затем при перемешивании добавляют 6 см³ серной кислоты (1:1), 4 см³ раствора марганцовокислого калия. Через 5 мин добавляют 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 4 см³ раствора желатина, 20 см³ спирта, 5 см³ раствора фенилфлуорона. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Через 25—30 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 510 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 480 до 530 нм.

Раствором сравнения служит спирт.

(Продолжение см. с 66)

Массу олова находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы или методом сравнения со стандартным образцом металлического хрома, проведенным через весь ход анализа.

4.2.3. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи колб вместимостью 500 см³ приливают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025 и 0,00003 г олова. В семь колб приливают по 40 см³ серной кислоты (1:3), колбы накрывают часовым стеклом и нагревают, не выпаривая.

Раствор седьмой колбы, не содержащий стандартного раствора олова, служит для проведения контрольного опыта при построении градуировочного графика.

Растворы охлаждают, приливают по 100 см³ воды, по 100 см³ раствора сернокислого гидразина, по 1 см³ раствора сернокислой меди и по 40 см³ раствора тионалида. Далее анализ проводят как указано в пп. 4.2.1 и 4.2.2.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им содержаниям олова строят градуировочный график.

4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массовую долю олова (X) в процентах, определенную методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

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

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

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

4.3.2. Массовую долю олова (X_1) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C(D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где C — массовая доля олова в стандартном образце, %;

D — оптическая плотность анализируемого раствора металлического хрома;

D_1 — оптическая плотность раствора стандартного образца;

D_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта.

4.3.3. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице».

(ИУС № 1 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru