УДК 669.45.'75 : 546.811.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

Метод определения олова

Lead-antimony alloys Method for the determination of tin

ГОСТ 1293.10—83

(СТ СЭВ 3500—81)

ОКП 17 2532

Взамен ГОСТ 1293.10—74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 8 февраля 1983 г. № 704 срок действия установлен

с 01.07.83
до 01.07.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрическии метод определения олова при массовой доле олова от 0,001 до 0,6% в свинцово-сурьмянистых сплавах

Метод основан на экстрагировании хлороформом в азотнокислой среде комплексного соединения четырехвалентного олова с купфероном и последующем измерении оптической плотности желтого фенилфлуоронового комплекса при длине волны 530 нм

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3500—81

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1 1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 1293 0—83

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофстометр

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 · 1 и растворы 0,2 и 0,5 М Разбавленные растворы готовят из концентрированной кислоты после удаления окислов азота кипячением в течение 10—15 мин

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 1, 1 10 и 1 49

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 5 и 50%-ные растворы

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Вода бромная насыщенная.

Фенол по ГОСТ 6417—72, 1%-ный раствор.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

N-нитрозо-N-фенилгидроксиламин аммонийная соль (купферон) по ГОСТ 5857—79, 0,1%-ный свежеприготовленный раствор. Готовят на охлажденной до 10°С воде. Допускается применение только светлого реактива.

Хлороформ.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, 0,5%-ный раствор, свежеприготовленный.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75 и 0,1 М раствор.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962—67.

Конго красный, индикаторная бумага.

Фенилфлуорон (2, 3, 7-тригидрокси-9-фенил-6-флуорон).

Олово по ГОСТ 860—75.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 0,1%-ный раствор в этиловом спирте.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление стандартных растворов олова

Раствор А: 0,1 г олова растворяют в 10 см³ серной кислоты и выпаривают до выделения паров серного ангидрида. После охлаждения разбавляют раствором серной кислоты (1 : 10), переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки раствором серной кислоты (1 : 9) и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг олова.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором серной кислоты (1 : 10) и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг олова.

3.2. Приготовление 0,03%-ного спиртового раствора фенилфлуорона:

0,03 г фенилфлуорона растворяют в 100 см³ этилового спирта с добавлением 1 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) при нагревании на водяной бане до получения прозрачного раствора.

3.3. Для построения градуировочного графика в пять из шести стаканов вместимостью 50 см³ отмеривают: 0,5; 1; 3; 4 и 6 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 5, 10, 30, 40 и 60 мкг олова.

Выпаривают до выделения паров серного ангидрида. В шестой стакан раствор Б не добавляют. После охлаждения во все стака-

ны добавляют 5 см³ 5%-ного раствора винной кислоты, переносят в мерные колбы вместимостью 25 см³ и обмывают стаканы раствором серной кислоты (1 : 49). Раствор нейтрализуют аммиаком по индикаторной бумаге конго красный или по раствору фенолфталеина до щелочной реакции, затем добавляют 1,6 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) и 2—3 капли бромной воды до получения слабо-желтой окраски. Спустя 5 мин добавляют по каплям раствор фенола до полного обесцвечивания раствора, 2,5 см³ раствора желатина и 5 см³ раствора фенилфлуорона. После добавления каждого реактива раствор перемешивают. Доливают водой до метки и снова перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 510—530 нм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора олова.

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

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Массу навески сплава выбирают в зависимости от ожидаемой массовой доли олова в соответствии с табл. 1. Навеску сплава растворяют при нагревании в растворе азотной кислоты (1 : 1) с добавлением 50%-ного раствора винной кислоты, количество которых также указано в табл. 1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. Отбирают в стакан аликвотную часть раствора в зависимости от массовой доли олова, как указано в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Масса навески пробы, г	Объем раствора азотной кислоты (1 1) для растворения, см³	Объем 5% ного раствора винной кислоты для растворения, см³	Объем аликвотной части анализируемого раствора, см
От 0,001 до 0,005	2,0	60	5	100
Св 0,005 » 0,01	1,0	30	2,5	50
» 0,01 » 0,1	0,25	15	1,5	50
» 0,1 » 0,6	0,2	15	1,5	10

К отобранному раствору прибавляют 5—6 капель раствора перекиси водорода, выпаривают сначала на песчаной бане до объема около 5 см³, затем на водяной бане до влажных солей.

Остаток растворяют в 10 см³ 0,5 М раствора азотной кислоты. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³. Стакан промывают водой, промывные воды присоединяют к раствору в делительной воронке и доводят объем раствора водой до 20 см³. Приливают 0,5 см³ раствора марганцовокислого калия, 3 см³ раствора купферона и перемешивают. Затем добавляют 5 см³ хлороформа и встряхивают 1 мин. Экстрагируют три раза, добавляя каждый раз по 3 см³ раствора купферона и по 5 см³ хлороформа. Хлороформовые экстракты собирают в отдельную делительную воронку вместимостью 100 см³ и промывают три раза 0,2 М раствором азотной кислоты порциями по 5 см³. Водный раствор отбрасывают.

Промытый хлороформовый раствор переносят в стакан, удаляют основную массу хлороформа на водяной бане, оставляя объем около 1 см³, затем добавляют 5 см³ азотной кислоты и продолжают выпаривание до удаления хлороформа. Охлаждают, добавляют 5 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) и выпаривают на песчаной бане до выделения паров серного ангидрида.

Для удаления органических веществ, содержащихся в растворе, прибавляют 1—2 капли раствора перекиси водорода и снова выпаривают на песчаной бане до выделения паров серного ангидрида. После этого охлаждают, добавляют 0,5 см³ воды, еще раз выпаривают до объема 0,5 см³ и охлаждают. Приливают 5 см³ 5%-ного раствора винной кислоты, нагревают до температуры 50—60°С и после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³. При наличии осадка сернокислого свинца раствор фильтруют через небольшой плотный фильтр, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 25 см³. Осадок сернокислого свинца промывают раствором серной кислоты (1 : 49), стакан обмывают тем же раствором. Раствор нейтрализуют аммиаком по индикаторной бумаге конго красный или по раствору фенолфталеина до щелочной реакции, затем добавляют 1,6 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) и далее поступают как указано в п. 3.3.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу олова находят по градуировочному графику.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2 \cdot 10000},$$

где m_1 — масса олова в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг;

V_1 — объем исходного раствора сплава, см^3;

m — масса навески сплава, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см^3.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P^1=0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,003	0,0003
Св. 0,003 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,03	0,002
» 0,03 » 0,1	0,005
» 0,1 » 0,3	0,01
» 0,3 » 0,6	0,02

Изменение № 1 ГОСТ 1293.10—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения олова

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.11.87 № 4205

Дата введения 01.07.88

Заменить код: ОКП 17 2532 на ОКСТУ 1709.

(Продолжение см. с. 70)

(Продолжение изменения к ГОСТ 1293.10—83)

Вводная часть. Второй абзац. Заменить значение: 530 нм на «510 нм на спектрофотометре или в области длин волн 510—530 нм на фотоэлектроколориметре».

Пункт 3.3. Второй абзац. Заменить значения: 510—530 нм на «510 нм на спектрофотометре или в области длин волн 510—530 нм на фотоэлектроколориметре».

Пункт 4. Таблица 1 Головка. Заменить значение: «5%-ного» на «50%-ного»

(ИУС № 2 1988 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 1293.10—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Метод определения олова

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28.05.98)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2922

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт

(Продолжение см. с. 46)

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 1293.10—83)

Продолжение

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: **(СТ СЭВ 3500—81).**

Вводная часть. Третий абзац исключить.

(Продолжение см. с. 47)

Раздел 2 Второй абзац Заменить слова «окислов азота» на «оксидов азота»,

четвертый абзац Заменить слова «5 и 50%-ные растворы» на «растворы 50 и 500 г/дм³»,

восьмой абзац Заменить слова «по ГОСТ 6417—72, 1%-ный раствор» на «раствор 10 г/дм³»,

девятыи абзац Заменить слово «перекись» на «пероксид»,

десятый абзац Заменить слова «по ГОСТ 5857—79, 0,1%-ный свежеприготовленный раствор» на «раствор 1 г/дм³, свежеприготовленный»,

двенадцатый абзац Заменить слова «0,5%-ный раствор» на «раствор 5 г/дм³»,

последний абзац Заменить слова «по ГОСТ 5850—72, 0,1%-ный раствор» на «раствор 1 г/дм³»,

заменить ссылки ГОСТ 11293—78 на ГОСТ 11293—89, ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 18300—87

Пункт 3 1 Первый абзац Заменить значение и слова 0,1 г на 0,1000 г, «серного ангидрида» на «серной кислоты»

Пункт 3 2 Наименование Заменить слова «0,03%-ного спиртового раствора фенилфлуорона» на «спиртового раствора фенилфлуорона 0,3 г/дм³»

Пункт 3 3 Второи абзац Заменить слова «серного ангидрида» на «серной кислоты», «5%-ного раствора винной кислоты» на «раствора винной кислоты 50 г/дм³»

Раздел 4 Первый абзац Заменить слова «50%-ного раствора винной кислоты» на «раствора винной кислоты 500 г/дм³»,

таблица 1 Головка Заменить слова «5%-ного раствора винной кислоты» на «раствора винной кислоты 500 г/дм³»,

графа «Масса навески пробы, г» Заменить значения 2,0 на 2,0000, 1,0 на 1,0000, 0,25 на 0,2500, 0,2 на 0,2000,

второй абзац Заменить слова «перекиси водорода» на «пероксида водорода»,

четвертый абзац Заменить слова «серного ангидрида» на «серной кислоты»,

пятый абзац Заменить слова «перекиси водорода» на «пероксида водорода», «серного ангидрида» на «серной кислоты», «5%-ного раствора винной кислоты» на «раствора винной кислоты 50 г/дм³»

Пункт 5 2 изложить в новой редакции

«5 2 Расхождение результатов параллельных определений d (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего ре-

(Продолжение см с 48)

зультатов анализа) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Предельное значение погрешности результатов анализа Δ, %	Расхождение результатов параллельных определений d, %	Расхождение результатов анализа D, %
От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0002	0,0003	0,0003
Св. 0,0020 » 0,0050 »	0,0004	0,0005	0,0005
» 0,0050 » 0,010 »	0,0009	0,0012	0,0012
» 0,010 » 0,020 »	0,002	0,002	0,002
» 0,020 » 0,050 »	0,003	0,004	0,004
» 0,050 » 0,10 »	0,006	0,008	0,008
» 0,10 » 0,20 »	0,02	0,02	0,02
» 0,20 » 0,60 »	0,02	0,03	0,03

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предельных значений Δ, приведенных в табл. 2, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные».

(ИУС № 7 2001 г.)

gost.e-ecolog.ru