



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ  
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА**

**ГОСТ 6689.22—92**

**Издание официальное**

13 р. 50 к. БЗ 5—92/647

ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва

Редактор *И В Виноградская*  
Технический редактор *О Н Никитина*  
Корректор *А С Черноусова*

Сдано в наб 30 06 92 Подп в печ 19 08 92 Усл п л 0 75 Усл кр отт 0 75 Уч изд л 0 64  
Тир 677 экз

---

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов 123557 Москва ГСП Новопресненский пер 3  
Тип «Московский печатник» Москва Лялин пер 6 Зак 1328

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ  
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ****Методы определения олова**

Nickel, nickel and copper-nickel alloys  
Methods for the determination of tin

**ГОСТ**  
**6689.22—92**

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический (при массовой доле олова от 0,0005 до 0,15%), фотометрический (при массовой доле олова от 0,01 до 0,25%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле олова от 0,01 до 0,25%) методы определения олова в никеле, никелевых и медно-никелевых сплавах, по ГОСТ 492 и ГОСТ 19241.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по ГОСТ 6689.1, разд. 1.

**2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА****2.1. Сущность метода**

Метод основан на измерении оптической плотности раствора комплексного соединения олова с кверцетином, экстрагируемого *n*-бутиловым спиртом из солянокислого раствора, содержащего тиомочевину для устранения влияния меди и железа.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

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

Водорода перекись по ГОСТ 10929, 30%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

**Издание официальное**

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166.

*n*-бутиловый спирт по ГОСТ 6006.

Кверцетин, раствор 4 г/дм<sup>3</sup> в *n*-бутиловом спирте.

Олово марки О1 по ГОСТ 860.

Стандартные растворы олова

Раствор А: 0,1 г олова помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 1 г хлористого натрия, 100 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, 1 см<sup>3</sup> перекиси водорода и нагревают при 60—70°C. К концу растворения температуру повышают до 80°C. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают до метки соляной кислотой (1:10).

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г олова.

Раствор Б: 25 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки соляной кислотой (1:10).

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г олова. Раствор Б готовят в день применения.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 5 г хлористого натрия, 20 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и по каплям 7—10 см<sup>3</sup> перекиси водорода, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании.

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Масса навески, г
От 0,0005 до 0,001 включ.	2
Св 0,001 » 0,01 »	1
» 0,01 » 0,15 »	0,1

Стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой и раствор упаривают до объема 2—4 см<sup>3</sup>. Раствор охлаждают, переводят в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>, нейтрализуют по каплям аммиаком до слабощелочной среды по бумаге конго. Добавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:4), 20 см<sup>3</sup> раствора тиомочевины и разбавляют водой до 50 см<sup>3</sup>. Добавляют 25 см<sup>3</sup> раствора кверцетина в *n*-бутиловом спирте и энергично встряхивают 5 мин. После разделения фаз нижний водный слой выбрасывают, а органический слой переливают в сухой стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, содержащий 0,2—0,5 г безводного сернокислого натрия, и, спустя 5 мин, измеряют оптическую плотность раствора в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см на фото-

электроколориметре с синим или фиолетовым свегофилтром или на спектрофотометре при 440 нм. Раствором сравнения служит раствор кверцетина в *n*-бутиловом спирте.

### 2.3.2 Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью по 100 см<sup>3</sup> вводят 1,0, 3,0, 5,0, 7,0, 10,0, 15,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора В олова. Растворы нейтрализуют аммиаком до слабощелочной среды по бумаге конго, добавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1.4) и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

### 2.4 Обработка результатов

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

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

где  $m_1$  — масса олова, найденная по градуировочному графику, г  
 $m$  — масса навески, г

2.4.2 Расхождения результатов трех параллельных определений *d* (показатель сходимости) и результатов двух анализов *D* (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Допускаемые расхождения, %	
	<i>d</i>	<i>D</i>
От 0,0005 до 0,001 включ.	0,0033	0,0004
Св. 0,001 » 0,003 »	0,0005	0,0007
» 0,003 » 0,005 »	0,001	0,001
» 0,005 » 0,01 »	0,002	0,003
» 0,01 » 0,03 »	0,003	0,004
» 0,03 » 0,06 »	0,006	0,008
» 0,06 » 0,12 »	0,012	0,017
» 0,12 » 0,25 »	0,02	0,03

2.4.3 Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8315, или методом добавок или сопоставлением результатов фотометрическим, атомно-абсорбционным или полярографическим (ГОСТ 6689 16) методами, в соответствии с ГОСТ 25086.

### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

#### 3.1. Сущность метода

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

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

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

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

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

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Марганец азотнокислый по ГОСТ 6203, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Ацетон по ГОСТ 2768.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный.

Фенилфлуорон, спиртовой раствор 0,5 г/дм<sup>3</sup>; 0,05 г фенилфлуорона растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> этилового спирта с добавлением 1 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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: 0,1 г олова растворяют в 10 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки 2,5 моль/дм<sup>3</sup> раствором серной кислоты и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г олова.

Раствор Б: 25 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки 2,5 моль/дм<sup>3</sup> раствором серной кислоты и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г олова.

#### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Для сплавов с массовой долей кремния до 0,05%

Таблица 3

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

Навеску сплава (см. табл. 3) помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) при нагревании. Окислы азота удаляют кипячением, раствор разбавляют водой до объема 50 см<sup>3</sup>. Добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого марганца (при массовой доле марганца в сплаве более 2% раствор азотнокислого марганца добавлять не следует), раствор нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроокиси меди, добавляют 24 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и воды до объема 90 см<sup>3</sup>. Раствор нагревают до кипения, добавляют 10 см<sup>3</sup> 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 1 моль/дм<sup>3</sup> раствором 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<sup>3</sup> горячего раствора серной кислоты (1:4), содержащего несколько капель раствора перекиси водорода, а затем водой.

Промытый фильтр отбрасывают, фильтрат выпаривают до выделения белого дыма серной кислоты. К охлажденному остатку добавляют при массовой доле олова от 0,01% до 0,12% — 20 см<sup>3</sup>, а при массовой доле олова свыше 0,12% — 50 см<sup>3</sup> 2,5 моль/дм<sup>3</sup> раствора серной кислоты и раствор переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 3), доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора (см. табл. 3) помещают в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, добавляют указанный объем 2,5 моль/дм<sup>3</sup> раствора серной кислоты (см. табл. 3) и поочередно, перемешивая после добавки каждого реактива, добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, 5 см<sup>3</sup> раствора лимонной кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора желатина, 3 см<sup>3</sup> ацетона, 2 см<sup>3</sup> раствора фенолфлуорона, доливают водой до метки и перемешивают. По истечении 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с желто-зеленым светофильтром или на спектрофотометре при 510 нм в кювете с толщиной

поглощающего свет слоя 1 см Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта

3 3 2 Для сплавов с массовой долей кремния свыше 0,05%

Навеску сплава (см табл 3) помещают в платиновую чашку и растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 1) и 2—3 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты при нагревании

После растворения добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (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<sup>3</sup> воды, нагревают раствор, переносят в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до объема 50 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого марганца и далее анализ проводят, как указано в п 3 3 1.

3 3 1 Построение градуировочного графика

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

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий олова По полученным данным строят градуировочный график

3 4 Обработка результатов

3 4 1 Массовую долю олова ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

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

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

3 4 2 Расхождения результатов трех параллельных определений  $d$  (показатель сходимости) и результатов двух анализов  $D$  (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл 2

3 4 3 Контроль точности результатов анализа проводят, как указано в п 2 4 3

#### 4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

##### 4 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.

#### 4.2. 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<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1 моль/дм<sup>3</sup>.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Марганец азотнокислый по ГОСТ 6203, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Олово по ГОСТ 850 с массовой долей олова не менее 99,9%.

Стандартный раствор олова: 0,25 г олова растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доливают до метки 2,5 моль/дм<sup>3</sup> раствором серной кислоты и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0005 г олова.

#### 4.3 Проведение анализа

##### 4.3.1. Для сплавов с массовой долей кремния до 0,05%

Навеску сплава (см. табл. 4) помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в азотной кислоте (1:1), объем которой берут в соответствии с указанием в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля олова, %	Масса навески, г	Объем раствора азотной кислоты (1:1), см <sup>3</sup>
От 0,01 до 0,10 включ	2	20
Св 0,10 » 0,25 »	1	10

Окислы азота удаляют кипячением и раствор разбавляют водой до объема 50 см<sup>3</sup>. Добавляют 5 см<sup>3</sup> азотнокислого марганца, раствор нейтрализуют аммиаком до появления гидроокиси меди, добавляют 18 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и воды до объема 90 см<sup>3</sup>. Раствор нагревают до кипения, добавляют 10 см<sup>3</sup> 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 1,5 моль/дм<sup>3</sup> раствором

азотной кислоты. Осадок с развернутого фильтра смывают водой в стакан, в котором проводили осаждение, фильтр промывают 10 см<sup>3</sup> горячего раствора серной кислоты (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<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки 1 моль/дм<sup>3</sup> раствором 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.

#### 4.3.2. Для сплавов с массовой долей кремния свыше 0,05%

Навеску сплава (см. табл. 4) помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в азотной кислоте (1:1), объем которой берут в соответствии с указанным в табл. 4, и 2 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты.

После растворения добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (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<sup>3</sup> воды, нагревают раствор, переносят в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до объема 50 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого марганца и далее анализ проводят, как указано в п. 4.3.1.

#### 4.3.3. Построение градуировочного графика

В семь из восьми стаканов вместимостью по 250 см<sup>3</sup> помещают 0,4; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора олова. Во все стаканы добавляют воду до объема 50 см<sup>3</sup>, добавляют по 5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого марганца и далее анализ проводят, как указано в п. 4.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

### 4.4. Обработка результатов

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

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

где  $C$  — концентрация олова, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем конечного раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески сплава, г.

4.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений  $d$  (показатель сходимости) и результатов двух анализов  $D$

(показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

4.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сопоставлением результатов, полученных фотометрическими методами, в соответствии с ГОСТ 25086.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР  
РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Боганова, Л. В. Морейская, И. А. Воробьева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением  
Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92  
№ 167

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 6689.22—80

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ:

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8 315—91	2 4 3, 4 4 3
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 860—75	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 2768—84	3 2
ГОСТ 3118—77	2 2; 3 2, 4 2
ГОСТ 3652—69	3 2
ГОСТ 3760—79	2 2; 3 2; 4 2
ГОСТ 4166—76	2 2
ГОСТ 4204—77	2 2; 3 2; 4 2
ГОСТ 4233—77	2 2
ГОСТ 4461—77	2 2, 3 2; 4 2
ГОСТ 6006—78	2 2
ГОСТ 6344—73	2 2
ГОСТ 6552—80	2 2
ГОСТ 6689 1—92	Разд. 1
ГОСТ 6689.16—92	2 4 3
ГОСТ 10484—78	3 2; 4 2
ГОСТ 10929—76	2 2; 3 2; 4 2
ГОСТ 11293—78	3 2
ГОСТ 15241—80	Вводная часть
ГОСТ 2049С—75	3 2, 4 2
ГОСТ 25086—87	Разд. 1, 2 4 3; 4 4 3