

ФЕРРОМОЛИБДЕН

Методы определения олова

Ferromolybdenum. Methods for determination
of tinГОСТ
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 ферромolibдене (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 переменном токовом режиме на фоне соляной кислоты.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф электронный, переменного тока, обеспечивающий чувствительность 0,005% со всеми принадлежностями.

Баллон с аргонном, азотом или водородом, не содержащими кислот.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

Переиздание. Август 1984 г.

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°C. 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.

Т а б л и ц а 1

Массовая доля олова, %	Масса навески, г
От 0,005 до 0,010 Св. 0,010 > 0,050	0,50 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 *n*-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 комплексобразованием лимонной кислоты. Трехвалентное железо восстанавливают до двухвалентного состояния гидросиламином.

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.

Гидросиламин 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 оло-
ва**

**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)

(Продолжения 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 сер-
тификации (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:

Т а б л и ц а 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 точ-
ности и нормативы контроля точности определения массовой доли олова при-
ведены 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_k	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.)