МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения олова

Издание официальное

БЗ 11—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 105, Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.13—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Средства измерений и вспомогательные устройства. 2
5 Порядок проведения измерений 2
6 Обработка результатов измерений 3
7 Допустимая погрешность измерений 4
8 Требования к квалификации 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения олова

Sponge titanium.
Method for determination of tin

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения олова (при массовой доле олова от 0,005 % до 0,02 %) в губчатом титане по ГОСТ 17746.

Метод основан на образовании в сернокислой среде при pH 3 коллоидного раствора комплексного соединения олова (IV) с фенилфлуороном желто-оранжевого цвета и последующем измерении оптической плотности раствора.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Медь II сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5817—77 Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 7298—79 Гидроксиламин сернокислый. Технические условия

ГОСТ 10779—97 Спирт поливиниловый. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11293—89 Желатин. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 23780—96 Титан губчатый. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

3.2 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780.

3.3 Массовую долю олова определяют по двум навескам.

Издание официальное

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический КФК-2.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ρ =1,84 г/см^3, и разбавленная 1:1, 1:3, 1:4, 1:9.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота хлорная по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 300 г/дм^3.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор массовой концентрации 200 г/дм^3.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор массовой концентрации 250 г/дм^3.

Меди сульфат (медь сернокислая) по ГОСТ 4165, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3.

Гидроксиламина сульфат (гидроксиламин сернокислый) по ГОСТ 7298, раствор массовой концентрации 20 г/дм^3.

Тионалид по нормативному документу, раствор массовой концентрации 20 г/дм^3 на ацетоне.

Промывная жидкость: раствор, содержащий в 1000 см^3 воды 10 см^3 раствора тионалида массовой концентрации 20 г/дм^3.

Этанол (спирт этиловый) ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Фенилфлуорон (2, 6, 7-триокси-9-(диметил-аминофенил)-флуорон-6) по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 0,3 г/дм^3: 0,03 г фенилфлуорона растворяют в этаноле, добавляют 1 см^3 раствора серной кислоты (1:1) и доливают этанолом до объема 100 см^3. Раствор должен иметь розовый цвет.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, раствор массовой концентрации 30 г/дм^3.

Спирт поливиниловый по ГОСТ 10779, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3 или желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор массовой концентрации 5 г/дм^3, свежеприготовленный.

Натрия ацетат (натрий уксуснокислый) 3-водный по ГОСТ 199.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор массовой концентрации 700 г/дм^3.

Буферный раствор с pH 3: 20 г ацетата натрия растворяют в 70 см^3 воды, фильтруют в мерную колбу вместимостью 200 см^3, прибавляют 48 см^3 раствора уксусной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Государственные стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

4-Нитрофенол по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 1 г/дм^3.

Стандартные растворы олова.

Раствор А: 0,1 г олова растворяют в 10 см^3 серной кислоты и упаривают до появления паров серной кислоты. Остаток охлаждают до комнатной температуры, растворяют в 50 см^3 раствора серной кислоты (1:9), переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают раствором серной кислоты (1:9) до метки и перемешивают; годен к применению в течение 3 мес.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г олова.

Раствор Б: 2 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают раствором серной кислоты (1:9) до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,000002 г олова.

5 Порядок проведения измерений

5.1 Навеску массой 2 г помещают в коническую колбу вместимостью 200 см^3, добавляют 100 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), колбу накрывают часовым стеклом или стеклянной воронкой и нагревают до полного растворения навески, поддерживая постоянный объем тем же раствором соляной кислоты.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в стакан вместимостью 300 см^3, помещают стакан с раствором на электроплиту и нагревают до кипения. В раствор добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски, приливают 30 см^3 раствора серной кислоты (1:1) и выпаривают до появления паров серной кислоты.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, обмывают стенки стакана водой, помещают стакан с раствором на электроплиту, упаривают до появления паров серной кислоты и продолжают нагревание в течение 5 мин.

Раствор охлаждают, приливают 60—70 см³ воды, 20 см³ раствора винной кислоты, нагревают до кипения и охлаждают до комнатной температуры.

Раствор нейтрализуют раствором аммиака по бумаге конго до сиреневой окраски бумаги, приливают 1 см³ раствора сульфата меди, 5 см³ раствора сульфата гидроксиламина, 25 см³ раствора серной кислоты (1:3) и доливают водой примерно до 200 см³.

Раствор нагревают примерно до 333 К и приливают 8 см³ раствора тионалида (для осаждения олова) при энергичном перемешивании. Для лучшей коагуляции осадка и полного выделения олова раствор периодически перемешивают и оставляют на 10—12 ч.

Затем раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», промывают осадок на фильтре 5-6 раз промывной жидкостью, фильтр с осадком помещают в стакан, в котором вели осаждение олова, приливают 20 см³ азотной кислоты, 5 см³ раствора хлорной кислоты, 4 см³ серной кислоты $\rho = 1{,}84$ г/см³. Накрывают стакан фарфоровой чашкой и раствор упаривают до появления паров серной кислоты.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, обмывают стенки стакана водой, снова упаривают до появления паров серной кислоты и продолжают нагревание в течение 5 мин.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 60—70 см³ воды, 5 см³ раствора винной кислоты и нагревают до кипения.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, нейтрализуют раствором аммиака по бумаге конго до сиреневой окраски бумаги, приливают 3 см³ раствора сульфата гидроксиламина, 25 см³ раствора серной кислоты (1:3) и доливают водой примерно до 200 см³.

Раствор нагревают примерно до 333 К, приливают 8 см³ раствора тионалида для вторичного осаждения олова и далее поступают, как описано выше, начиная с операции осаждения олова до операции двойного выпаривания серной кислоты.

Затем раствор охлаждают, приливают 40 см³ воды, нагревают до растворения солей, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 2 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 1-2 капли раствора 4-нитрофенола и нейтрализуют раствором аммиака до появления желто-зеленой окраски. Затем приливают по каплям раствор серной кислоты (1:9) до обесцвечивания раствора, добавляют 1,4 см³ раствора серной кислоты (1:1), 5 см³ раствора пероксида водорода, 10 см³ буферного раствора, 5 см³ раствора поливинилового спирта или 2,5 см³ раствора желатина и 1 см³ раствора фенилфлуорона. Раствор доливают водой до метки и перемешивают. Через 30—40 мин измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 490—510 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

5.2 Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 50 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000002; 0,000004; 0,000006; 0,000008; 0,000010 г олова. В шестую колбу, раствор которой является раствором контрольного опыта, приливают 1 см³ раствора серной кислоты (1:9). Во все колбы добавляют воду до объема 20 см³, по 1-2 капли раствора 4-нитрофенола и нейтрализуют раствором аммиака до появления желто-зеленой окраски.

Далее поступают, как указано в 5.1.

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

6 Обработка результатов измерений

Массовую долю олова X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V}{m V_1} \cdot 100, \qquad (1)$$

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

V — общий объем раствора пробы, см³;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора пробы, см³.

7 Допустимая погрешность измерений

7.1 Расхождение между результатами измерений и результатами анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должно превышать допускаемых значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля олова	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел погрешности измерений Δ
От 0,005 до 0,020 включ.	0,002	0,003	0,002

7.2 Контроль точности результатов анализа проводят по стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор А.

8 Требования к квалификации

К выполнению анализа допускается химик-аналитик квалификации не ниже 4-го разряда.

УДК 669.295:546.81.06:006.354 МКС 77.120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: титан губчатый, определение олова, фотометрический метод

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *И.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.02.2000. Подписано в печать 10.04.2000. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,57. Тираж 204 экз. С 4839. Зак. 306.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102