

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ**Метод определения олова**

Zinc alloys. Method for the determination
of tin

ГОСТ**25284.7-82****(СТ СЭВ 2935-81)**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1982 г. № 2159 срок действия установлен

с 01.01. 1983 г.
до 01.01. 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения олова при массовой доле его от 0,0005 до 0,02%.

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте, осаждении олова с гидроокисью марганца (IV), образовании окрашенного соединения олова с фенолфлуороном и измерении оптической плотности раствора при длине волны 510 нм.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2935-81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 25284.0-82.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77 и раствор 1:200.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, разбавленная и растворы 1:1, 1:4 и 5 н.

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815-76, 2%-ный раствор, свежеприготовленный.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652-69, 20%-ный раствор, свежеприготовленный.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.



Марганец сернистый по ГОСТ 435—77, 2%-ный раствор.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 1%-ный раствор.

Желатин по ГОСТ 11293—78, 1%-ный раствор, свежеприготовленный.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—72, 96%-ный.

Фенилфлуорон, раствор: 0,1 г фенилфлуорона помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 50 см³ этилового спирта с добавлением 1 см³ раствора серной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают этиловым спиртом до метки и перемешивают; хранят в темном месте.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—79 с массовой долей олова менее 0,0001%.

Олово металлическое по ГОСТ 860—75.

Стандартный раствор олова: 0,1000 г олова растворяют в 10 см³ серной кислоты, раствор охлаждают, разбавляют 5 н. раствором серной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают 5 н. раствором серной кислоты до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг олова.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 5,0 г помещают в стакан вместимостью 600 см³, добавляют 20 см³ воды, накрывают часовым стеклом и осторожно, небольшими порциями, добавляют 20 см³ азотной кислоты. После растворения пробы раствор кипятят для удаления окислов азота, разбавляют водой до объема 150 см³ и нейтрализуют аммиаком до появления постоянного осадка, который растворяют добавлением 1—2 капли азотной кислоты. Раствор разбавляют водой до объема 200 см³, добавляют 5 см³ раствора сернистого марганца, нагревают до кипения, добавляют 5 см³ раствора марганцовокислого калия, кипятят 3—5 мин и оставляют на 1 ч. Затем раствор фильтруют через фильтр средней плотности, фильтр с осадком промывают 5—7 раз горячим раствором азотной кислоты. Осадок смывают с развернутого фильтра в стакан, в котором проводилось осаждение, и промывают фильтр 10 см³ горячего раствора серной кислоты (1:4) с добавлением 5—7 капель раствора перекиси водорода, а затем несколько раз горячей водой. Раствор выпаривают до появления белых паров. Остаток охлаждают, стенки стакана ополаскивают 3—5 см³ воды и вновь выпаривают до появления белых паров. К остатку добавляют 5 н. раствора серной кислоты, охлаждают, переносят в мер-

ную колбу вместимостью 100 см³, доливают 5 н. раствором серной кислоты до метки и перемешивают. В зависимости от содержания олова отбирают аликвотную часть раствора (табл. 1) в стакан вместимостью 100 см³ и выпаривают досуха (не прокаливать).

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Объем аликвотной части раствора, см ³
От 0,0005 до 0,005	20
Св. 0,005 • 0,01	10
• 0,01 • 0,02	5

Остаток в стакане охлаждают, добавляют 2,5 см³ 5 н. раствора серной кислоты, 5 см³ воды, нагревают до кипения и охлаждают. Добавляют 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 5 см³ раствора лимонной кислоты, 1 см³ раствора желатина, 3 см³ ацетона и 1 см³ раствора фенолфталеина, перемешивая после добавления каждого реактива. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Через 3 ч измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 510 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.2. Для построения градуировочного графика в семь стаканов вместимостью 600 см³ помещают по 5 г цинка, добавляют по 20 см³ воды, накрывают часовым стеклом и осторожно добавляют небольшими порциями 20 см³ азотной кислоты. Растворы кипятят для удаления окислов азота, разбавляют водой до объема 150 см³ и в шесть стаканов вводят: 0,25; 0,50; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора. Растворы во всех стаканах нейтрализуют аммиаком до появления постоянного осадка, который растворяют, добавляя 1—2 капли азотной кислоты. Далее поступают как указано в п. 3.1, отмеряя аликвотную часть по 20 см³ из каждого раствора. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий олова.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям олова строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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 пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

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 0,0005 до 0,001	0,0003
Св. 0,001 " 0,003	0,0005
" 0,003 " 0,006	0,0008
" 0,006 " 0,01	0,001
" 0,01 " 0,02	0,002

Изменение № 1 ГОСТ 25284.7—82 Сплавы цинковые. Метод определения олова

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.06.87 № 2795

Дата введения 01.03.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить слова: «5 н раствор серной кислоты» на «раствор серной кислоты 5 моль/дм³».

Раздел 2. Заменить значение: 5 н. на «концентрации $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 5 \text{ моль/дм}^3$ (5 н.)»; четвертый абзац. Исключить слова: «по ГОСТ 4815—76».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «постоянного осадка» на «неисчезающего осадка», «средней плотности» на «белая лента».

(ИУС № 11 1987 г.)