

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

ФЕРРОМОЛИБДЕН

Методы определения олова

Ferromolybdenum. Methods for determination of tin

ГОСТ
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 гидроксидом 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-токовый, обеспечивающий чувствительность 0,005% со всеми принадлежностями.

Баллон с аргоном, азотом или водородом, не содержащими кислород.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

Переиздание. Август 1984 г.



281-95
17

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 этилендиамина-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.

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Масса навески, г
От 0,005 до 0,010	0,50
Св. 0,010 > 0,050	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 В, 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.