

СВИНЕЦ**ГОСТ**

Методы определения олова

20580.6—80*

Lead.

Methods for the determination of tin

[СТ СЭВ 911—78]

Взамен

ОКСТУ 1725

ГОСТ 20580.6—75

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 апреля 1980 г. № 1976 срок действия установлен

с 01.12.80

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 20.12.83 № 6396
срок действия продлен

до 01.12.91**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и полярографический методы определения олова от 0,0002 до 0,2% в свинце (99,992—99,5%).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 911—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20580.0—80.

1.2. Правильность получаемых результатов анализа контролируется одновременным определением массовой доли мышьяка в соответствующем СО свинца № 1591—79—1594—79.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на экстрагировании хлороформом из азотнокислой среды комплексного соединения, образованного четырехвалентным оловом с купферомом, удалении хлороформа выпариванием и фотометрированиим оранжево-красного фенилфлуоронового комплекса при длине волны 510 нм.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Издание официальное**Перепечатка воспрещена**

★

* Переиздание декабрь 1984 г. с Изменением № 1,
утвержденным в декабре 1983 г. (ИУС 4—84).

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1 и растворы с $(\text{HNO}_3) = 0,5$ моль/дм³ и с $(\text{HNO}_3) = 0,2$ моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1, 1:9 и 1:49.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 5 и 50%-ные растворы.

Аммоний азотнокислый.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с $(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4) = 0,1$ моль/дм³.

Купферон по ГОСТ 5857—79, 1%-ный раствор.

Хлороформ.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—72.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 1%-ный раствор в этиловом спирте.

Фенилфлуорон, 0,03%-ный раствор: 0,03 г фенилфлуорона растворяют в 100 см³ этилового спирта в присутствии 2 см³ серной кислоты (1:1) при нагревании на водяной бане до получения прозрачного раствора.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, 0,5%-ный раствор, свеженриготовленный.

Олово металлическое по ГОСТ 860—75.

Стандартные растворы олова.

Раствор А: 0,1 г олова растворяют в 10 см³ серной кислоты и нагревают до выделения паров серного ангидрида. После охлаждения разбавляют серной кислотой (1:9), переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки этой же кислотой.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг олова.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и разбавляют до метки серной кислотой (1:9). Раствор готовят перед употреблением.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг олова.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Проведение анализа

2.2.1. В зависимости от ожидаемой массовой доли олова берут навески свинца, масса которых указана в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Масса навески, свинца, г	Объем аликвотной части раствора, см ³
От 0,0002 до 0,002	1,0	Весь объем
Св. 0,002 » 0,01	1,0	10
» 0,01 » 0,05	0,2	10
» 0,05 » 0,2	0,2	2

Навеску растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1), содержащей 0,5 см³ 50%-ного раствора винной кислоты. При массовой доле олова свыше 0,002% раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки раствором азотной кислоты концентрации 0,5 моль/дм³ и перемешивают. Весь раствор или его аликвотную часть, отобранную по табл. 1, выпаривают досуха на водяной бане.

Остаток растворяют в 5 см³ раствора азотной кислоты концентрации 0,5 моль/дм³ при 0,2 г навеске или в 10 см³ — при 1 г навеске. К раствору прибавляют несколько капель раствора марганцовокислого калия до слабо-розовой окраски и оставляют на 5 мин. Затем раствор нейтрализуют водным аммиаком (1 : 1) до появления осадка, не исчезающего при перемешивании. Осадок растворяют несколькими каплями раствора азотной кислоты концентрации 0,5 моль/дм³ и переводят раствор в делительную воронку вместимостью 100 см³. Стакан обмывают 10 см³ раствора азотной кислоты концентрации 0,5 моль/дм³ при 0,2 г навеске и 20 см³ — при 1 г навеске (в первом случае объем должен быть 20 см³, во втором — 40 см³).

Приливают 2 см³ раствора купферона, перемешивают, прибавляют 5 см³ хлороформа и встряхивают 1 мин. Хлороформную фазу переводят в другую делительную воронку и экстракцию повторяют еще два раза, прибавляя каждый раз 2 см³ раствора купферона и 5 см³ хлороформа. Объединенные хлороформные экстракты промывают три раза раствором азотной кислоты концентрации 0,2 моль/дм³, прибавляя ее по 5 см³ каждый раз. Промытую хлороформную фазу сливают в стакан вместимостью 50 мл и нагревают на водяной бане до удаления основной части хлороформа.

Приливают 5 см³ азотной кислоты и нагревают на водяной бане до полного удаления хлороформа. Приливают 5 см³ серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до появления паров серного ангидрида. Если раствор темного цвета, прибавляют несколько кристаллов азотнокислого аммония или несколько капель азотной кислоты и снова нагревают до появления паров серного ангидрида. Раствор охлаждают, обмывают стенки стакана 2—3 см³ воды и выпаривают почти досуха (остаток должен быть около 0,3 см³).

После охлаждения приливают 5 см³ 5%-ного раствора винной кислоты, нагревают, охлаждают и переливают раствор в мерную колбу вместимостью 25 см³. При наличии осадка сульфата свинца раствор фильтруют через плотный фильтр «сипящая лента», собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 25 см³, промывая осадок и стакан раствором кислоты (1 : 49). Прибавляют одну каплю раствора фенолфталеина, нейтрализуют аммиаком до слабо-розовой окраски, прибавляют 1,5 см³ серной кислоты (1 : 1), охлаждают, прибавляют 2,5 см³ раствора желатина, 5 см³ раствора фенолфлуорона (после прибавления каждого реактива раствор переме-

шивают), разбавляют водой до метки и снова перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 510 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Количество олова в колориметрируемом объеме устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести стаканов вместимостью 50 см³ помещают 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 и 3,0 см³ раствора Б (шестой служит для проведения контрольного опыта), что соответствует 2, 5, 10, 20 и 30 мкг олова, выпаривают до выделения паров серного ангидрида и охлаждают. Во все шесть стаканов прибавляют по 5 см³ 5%-ного раствора винной кислоты и переводят в мерные колбы вместимостью 25 см³, обмывая стаканы раствором серной кислоты (1 : 49).

Далее поступают, как указано в п. 2.2.1.

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

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на полярографировании олова на фоне соляной кислоты (1 : 3) при потенциале полувольны минус 0,50 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. Свинец предварительно выделяют в виде сульфата и дополнительно соосаждают с сульфатом стронция.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф осциллографический ПО—5122, ППП-1 или полярограф аналогичного типа.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 3.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 10 и 1 : 20.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 3.

Стронций азотнокислый по ГОСТ 5429—74, 10%-ный раствор.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, 5%-ный раствор, готовят на соляной кислоте, разбавленной 1 : 3.

Железо металлическое, восстановленное водородом, свободное от свинца, олова, титана, хрома и марганца.

Олово по ГОСТ 860—75.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, 0,5%-ный раствор, свежеприготовленный.

Ртуть металлическая по ГОСТ 4658—73.

Раствор олова: 0,1 г олова растворяют в 10 см³ серной кислоты, нагревают до полного растворения навески и начала выделения