

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ
Методы определения олова*Metallic chrome.*
Methods for determination of tin**ГОСТ**
13020.15—85Взамен
ГОСТ 13020.15—75

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1415 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает полярнографический (при массовой доле олова от 0,002 до 0,005 %) и флотационно-фотометрический (при массовой доле олова от 0,001 до 0,005 %) методы определения олова в металлическом хроме.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде стружки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916—79.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД**2.1. Сущность метода**

Метод основан на полярнографировании олова в растворе соляной кислоты при потенциале пика минус 0,48 В относительно ртутного анода. Олово предварительно отделяют тионалидом.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярнографы переменного тока или осциллографический любого типа со всеми принадлежностями.

Баллон с аргоном, азотом или водородом, не содержащим кислорода.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77 или по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—78 или по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 14262—78 или по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:3 и 1:4.

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815—76.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний надсерноокислый по ГОСТ 20478—75, 25 %-ный раствор.

Водорода перекись по ГОСТ 177—77.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1 %-ный раствор.

Гидроксиламин серноокислый по ГОСТ 5456—79.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Тионалид, 1 %-ный спиртовой раствор.

Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329—77, 1 %-ный раствор.

Железо, восстановленное водородом.

Индикатор универсальный, бумага.

Олово металлическое.

Стандартные растворы олова:

раствор А: 0,1000 г олова растворяют в 20 см³ серной кислоты при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ серной кислотой (1:4), охлаждают, доливают до метки этим же раствором и перемешивают.

Массовая концентрация олова в растворе А равна 0,0001 г/см³; раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки серной кислотой (1:4).

Массовая концентрация олова в растворе Б равна 0,00001 г/см³.

Раствор готовят в день применения.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 1,0 г помещают в колбу вместимостью 500 см³, приливают 50 см³ серной кислоты (1:3), колбу накрывают часовым стеклом и нагревают содержимое колбы до растворения навески. Раствор охлаждают, приливают 200 см³ воды, прибавляют 2 г серноокислого гидроксиламина и 40 см³ спиртового раствора тионалида. Растворы в колбе взбалтывают в течение 2—3 мин. Выпавший творожистый осадок через 2 ч отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 8—10 раз холодной водой. Осадок смывают в колбу, где проводилось осаждение, приливают 50 см³ азотной кислоты, нагревают до растворения осадка, приливают 5 см³ серной кислоты и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. После этого прибавляют по каплям перекись водорода до полного просветления раствора. Затем к раствору приливают 10 см³ азотной кислоты, 150—200 см³ воды, 5 см³ азотнокислого серебра и 20 см³ надсерноокислого аммония. Раствор кипятят в течение 10—15 мин, охлаждают, приливают

60—70 см³ воды, 5 см³ алюмокалиевых квасцов и аммиак до рН 8—9.

Раствор с выпавшим осадком гидроокисей металлов нагревают в течение 5 мин, затем отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности и промывают 4—5 раз горячей водой, фильтрат отбрасывают.

Осадок растворяют на фильтре 10—15 см³ раствора горячей соляной кислоты. Фильтр промывают той же соляной кислотой порциями по 2—3 см³. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают до метки раствором соляной кислоты, перемешивают и переливают в сухой стакан. Прибавляют 0,3—0,5 г аскорбиновой кислоты или железа, восстановленного водородом. Раствор оставляют до полного обесцвечивания, периодически взбалтывая. При применении железа избыток его отфильтровывают на фильтр, содержащий несколько крупинок металлического железа, при применении аскорбиновой кислоты — через раствор в течение 5 мин пропускают аргон (азот или водород). Раствор переливают в электролизер и полярографируют при потенциале пика минус 0,48 В относительно анодной ртути.

2.3.2. Содержание олова в испытуемом растворе определяют либо методом сравнения со стандартным раствором сернистого олова, либо методом градуировочного графика, либо методом добавок.

2.3.2.1. При применении метода сравнения в зависимости от массовой доли олова в испытуемом растворе определяют соответствующий объем стандартного раствора Б. Отобранный объем стандартного раствора помещают в колбу вместимостью 500 см³, приливают 50 см³ серной кислоты (1:3) и далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.

2.3.2.2. При применении метода градуировочного графика в семь колб из восьми вместимостью 500 см³ каждая помещают 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000025; 0,00005; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004 и 0,00005 г олова. Восьмая колба, не содержащая стандартного раствора Б, служит для проведения контрольного опыта на содержание олова в реактивах. В каждую из восьми колб приливают по 50 см³ серной кислоты (1:3) и далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.

2.3.2.3. При применении метода добавок к навеске пробы добавляют такое количество стандартного раствора олова, чтобы высота пика, полученного при полярографировании раствора пробы с добавкой стандартного раствора, составляла не более двухкратной высоты пика, полученного при полярографировании раствора пробы.

Далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю олова (X) в процентах в зависимости от метода определения его в растворе пробы вычисляют по формулам:

Для метода сравнения

$$X = \frac{hm_1}{h_1m} \cdot 100,$$

где h — высота пика, полученного при полярографировании раствора пробы, мм;

m_1 — масса олова в стандартном растворе, взятом для полярографирования, г;

h_1 — высота пика, полученного при полярографировании стандартного раствора, мм;

m — масса навески, г.

Для метода градуировочного графика

$$X_1 = \frac{m_2}{m} \cdot 100,$$

где m_2 — масса олова в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, г.

Для метода добавок

$$X_2 = \frac{h \cdot m_3}{(h_2 - h) \cdot m} \cdot 100,$$

где h — высота пика, полученного при полярографировании раствора пробы без добавки стандартного раствора, мм;

m_3 — масса олова, добавленного к навеске пробы, г;

h_2 — высота пика, полученного при полярографировании раствора пробы с добавкой стандартного раствора, мм;

m — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля олова, %				Абсолютные допускаемые расхождения, %	
От	0,002	до	0,005	включ.	0,002
Св.	0,005	»	0,001	»	0,0005
»	0,001	»	0,002	»	0,001
»	0,002	»	0,005	»	0,002