МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения олова

Non-tin bronze.
Methods for the determination of tin

ГОСТ 15027.10—77

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения олова с применением кверцетина, фотометрический метод определения олова с применением фенилфлуорона (при массовой доле олова от 0,01 % до 0,5 %), полярографический метод определения олова (при массовой доле олова от 0,001 % до 0,5 %) и атомно-абсорбционный метод определения олова (при массовой доле олова от 0,01 % до 0,25 % и от 0,25 % до 0,5 %) в бронзах безоловянных по ГОСТ 18175, ГОСТ 614 и ГОСТ 493.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА С ПРИМЕНЕНИЕМ КВЕРЦЕТИНА

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения олова с кверцетином, экстрагируемого н-бутиловым спиртом из солянокислого раствора. Мешающее влияние железа устраняют прибавлением тиомочевины.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:4 и 1:10.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, 30 %-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм^3.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Спирт бутиловый нормальный по ГОСТ 6006.

Кверцетин, раствор 0,4 г/дм^3 в н-бутиловом спирте.

Медь по ГОСТ 859 марки МО.

Стандартный раствор меди; готовят следующим образом: 2,5 г меди растворяют в 30 см^3 концентрированной соляной кислоты, добавляя по каплям перекись водорода. Избыток перекиси водорода разлагают кипячением, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,01 г меди.

Олово по ГОСТ 860 марки 01.

Стандартные растворы олова.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г олова помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 1 г хлористого натрия, 20 см³ концентрированной соляной кислоты, 1 см³ перекиси водорода (постепенно, по каплям) и нагревают при 60—70 °С. К концу растворения температуру поднимают до 80 °С. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливая соляной кислотой, разбавленной 1:10, до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г олова.

Раствор Б; готовят следующим образом: 25 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1 : 10, и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г олова. Раствор Б готовят в день применения.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 5 г хлористого натрия, 20 см³ концентрированной соляной кислоты и нагревают. В процессе нагревания вводят 7—10 см³ перекиси водорода небольшими порциями до растворения навески. После полного растворения раствор выпаривают до объема 3—4 см³, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть полученного раствора объемом 25 см³ (при массовой доле олова от 0,01 % до 0,1 %) или 5 см³ (при массовой доле олова от 0,1 % до 0,5 %) помещают в делительную воронку вместимостью 150 см³.

При определении содержания олова в кремнистых или свинцовистых бронзах, при наличии осадка, аликвотную часть отбирают из предварительно отфильтрованного раствора.

Раствор в делительной воронке нейтрализуют аммиаком по каплям до слабощелочной реакции по бумаге конго и затем приливают 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:4, 20 см³ раствора тиомочевины, разбавляют водой до 50 см³, вводят 25 см³ раствора кверцетина в н-бутиловом спирте и энергично встряхивают в течение 5 мин. После раздела фаз нижний водный слой отбрасывают, не допуская остатка водной фазы, а органический слой переливают в сухой стакан вместимостью 50 см³, содержащий 0,2 г безводного сернокислого натрия, и через 5 мин измеряют оптическую плотность в кювете длиной 10 мм на фотоэлектроколориметре с синим или фиолетовым светофильтром (λ = 420—450 нм) или на спектрофотометре при длине волны 440 нм. Раствором сравнения служит раствор кверцетина в н-бутиловом спирте.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В делительные воронки вместимостью по 150 см³ отбирают по 10 см³ стандартного раствора меди (для бронз с массовой долей олова от 0,01 % до 0,1 %, с аликвотной частью 25 см³) или по 2 см³ стандартного раствора меди (для бронз с массовой долей олова от 0,1 % до 0,5 %, с аликвотной частью 5 см³, последовательно вводят 0, 1, 3, 5, 7 и 10 см³ стандартного раствора Б олова. Растворы нейтрализуют аммиаком до слабощелочной среды по бумаге конго, приливают 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:4, и далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.

По найденным величинам оптических плотностей строят градуировочный график.

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, соответствующая аликвотной части, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля олова, %	d, %	D, %	Массовая доля олова, %	d, %	D, %
От 0,01 до 0,03	0,003	0,007	Св. 0,12 до 0,25	0,02	0,05
Св. 0,03 » 0,06	0,006	0,01	» 0,25 » 0,50	0,03	0,07
» 0,06 » 0,12	0,012	0,03			

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

2.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, сопоставлением результатов анализа, полученных фотометрическим и атомно-абсорбционными методами или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4 — 2.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА С ПРИМЕНЕНИЕМ ФЕНИЛФЛУОРОНА ПОСЛЕ ОТДЕЛЕНИЯ НА АНИОНИТЕ

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения олова (IV) с фенилфлуороном после предварительного отделения олова от сопутствующих элементов на анионите.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Колонка ионнообменная, представляющая собой бюретку вместимостью 20—25 см^3 с внутренним диаметром 10—15 см^3; верхняя часть бюретки заканчивается капельной воронкой. В нижний конец бюретки закладывают тампон из стеклянной ваты высотой 5 мм, которую предварительно кипятят с соляной кислотой.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:9, 1:20, растворы 5 и 0,1 моль/дм^3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4 и 1:9.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор 1 г/дм^3.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Раствор буферный с pH 4,3; готовят следующим образом: 100 г уксуснокислого натрия растворяют в 300 см^3 воды, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, приливают 168 см^3 уксусной кислоты и доливают водой до метки.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор 10 г/дм^3.

Фенилфлуорон, спиртовой раствор 0,25 г/дм^3; готовят следующим образом: 0,025 г фенилфлуорона растворяют в 30 см^3 этилового спирта с добавлением 8—10 капель концентрированной серной кислоты при перемешивании. После растворения навески раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки этиловым спиртом.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 5 г/дм^3; готовят следующим образом: 0,5 г желатина замачивают в 20 см^3 холодной воды и через 20 мин добавляют 80 см^3 воды, нагретой до 70 °С, перемешивая раствор до полного растворения навески. Следует пользоваться свежеприготовленным раствором.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 50 и 100 г/дм^3.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 10 г/дм^3.

Олово по ГОСТ 860 марки 01.

Стандартные растворы олова.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г олова растворяют при нагревании в 10 см^3 концентрированной серной кислоты, добавив пять капель азотной кислоты, выпаривают до появления белого дыма серной кислоты, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:4.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г олова.

Раствор Б; готовят в день применения следующим образом: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³ и разбавляют до метки серной кислотой, разбавленной 1:9.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г олова.

Анионит АН-1 или ЭДЭ-10П.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1 *Подготовка анионита*

50 г ионообменной смолы фракцией 0,25—0,5 мм замачивают в насыщенном растворе хлористого натрия на 24 ч для набухания. Затем раствор хлористого натрия смывают декантацией и промывают анионит соляной кислотой, разбавленной 1:20, до бесцветного промывного раствора и отрицательной реакции на железо роданистым калием. Смолу последовательно промывают раствором едкого натрия 50 г/дм³, а затем раствором 100 г/дм³ до полного удаления хлорид-ионов (реакции с азотнокислым серебром), смолу промывают водой до слабощелочной реакции промывной жидкости. После этого анионит заливают водой, взмучивают и переводят в колонку. Слой смолы в колонке должен быть ровным, без пузырьков воздуха.

Для перевода анионита в хлорформу перед пропусканием анализируемого раствора через анионит пропускают раствор 5 моль/дм³ соляной кислоты со скоростью 3 см³/мин в количестве 100—150 см³.

3.4. Проведение анализа

3.4.1.Навеску бронзы массой 0,5 г (при массовой доле олова 0,01—0,1 %) или 0,1 г (при массовой доле олова 0,1—0,5 %) помещают в стакан вместимостью 150 см³, добавляют 5 г хлористого натрия и растворяют в 15 см³ раствора 5 моль/дм³ соляной кислоты, периодически прибавляя перекись водорода до полного растворения навески. Раствор кипятят 1—2 мин до полного разрушения избытка перекиси водорода. Затем нагревание прекращают, раствор охлаждают, приливают 25 см³ раствора 5 моль/дм³ соляной кислоты, обмывают стенки стакана водой (5—7 см³), прибавляют две капли азотной кислоты, смесь нагревают и кипятят 2—3 мин для удаления окислов азота. Затем нагревание прекращают, раствор охлаждают и пропускают через колонку, заполненную анионитом в хлороформе, со скоростью 3 см³/мин. Для вымывания сорбированной меди колонку и стакан промывают 200 см³ раствора 5 моль/дм³ соляной кислоты со скоростью 3 см³/мин.

Десорбцию олова проводят 250 см³ раствора 0,1 моль/дм³ соляной кислоты с той же скоростью в мерную колбу вместимостью 250 см³ и той же кислотой разбавляют до метки. Аликвотную часть раствора, равную 10 см³, помещают в стакан, приливают 3 см³ концентрированной серной кислоты и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты.

Соли растворяют в 5 см³ воды, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³ (на ополаскивание стакана используют не более 10 см³ воды), нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1:1, в присутствии фенолфталеина, затем прибавляют по каплям серную кислоту, разбавленную 1:9, до исчезновения окраски индикатора и еще 10 см³ в избыток. Раствор перемешивают, приливают 2 см³ раствора желатина, 5 см³ раствора фенилфлуорона, 10 см³ буферного раствора и оставляют на 5 мин. После этого добавляют воду до метки (pH раствора должно быть 1,1—1,2). После добавления каждого реактива раствор перемешивают и по истечении 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре с желто-зеленым светофильтром при длине волны 508 нм в кювете длиной 1 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.4.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью по 50 см³, последовательно помещают 0, 1, 2, 3, 4 и 5 см³ стандартного раствора Б олова и доливают до объема 10 см³ серной кислотой, разбавленной 1:9. Нейтрализуют аммиаком в присутствии фенолфталеина, затем прибавляют по каплям серную кислоту, разбавленную 1:9, до исчезновения окраски индикатора и еще 10 см³ в избыток и продолжают далее анализ, как указано в п. 3.4.1.

По найденным величинам оптических плотностей строят градуировочный график.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю олова (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса олова, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части, г.

3.5.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

3.5.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа олова проводят по п. 2.4.4.

3.5.3, 3.5.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

4.1. Сущность метода

Метод основан на отделении олова соосаждением с гидроокисью бериллия в аммиачно-хлоридном буферном растворе, содержащем трилон Б, с последующим полярографическим определением олова на солянокислом фоне. Потенциал полуволны (пика) восстановления олова около минус 0,5 В (насыщенный каломельный элемент).

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного тока типа ППТ-1.

Полярограф осциллографический типа ПО-5122 или другой подходящий полярограф переменного тока со всеми принадлежностями.

Ячейка полярографическая, выполненная из стекла, вместимостью 40 см^3, с выносным анодом (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капающим катодом.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Ртуть по ГОСТ 4658 марки Р0, обезвоженная.

Кислота соляная по ГОСТ 3117, концентрированная, разбавленная 1:1 и 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Бериллий азотнокислый, водный раствор 100 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и 2 %-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,1 моль/дм^3.

Олово по ГОСТ 860 марки 00.

Стандартные растворы олова.

Раствор А; готовят следующим образом: навеску олова 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 10—15 см^3 серной кислоты. После растворения олова и охлаждения раствора приливают 100 см^3 воды и 50 см^3 концентрированной соляной кислоты, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг олова.

Раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 см^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:3, и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг олова.

Раствор Б готовят перед применением.

4.3. Проведение анализа

Навеску сплава (табл. 2) помещают в стакан вместимостью 250 см^3, накрывают часовым стеклом и растворяют в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 5 см^3 концентрированной соляной кислоты при слабом нагревании. После растворения сплава раствор охлаждают, добавляют 5 см^3 раствора нитрата бериллия, обмывают стекло и стенки стакана водой, нагревают до 70—80 °С и к горячему раствору добавляют 20 см^3 раствора трилона Б. Раствор вновь нагревают до 80 °С, разбавляют водой до общего объема 150 см^3 и добавляют аммиак до образования растворимого темно-синего аммиачного комплекса меди и еще 5 см^3 аммиака в избыток. Раствор оставляют на горячей бане 30—40 мин, после этого горячим фильтруют через плотный фильтр «синяя лента» и промывают осадок на фильтре 5—7 раз 2 %-ным горячим раствором аммиака.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Масса навески, г	Полярографируемый объем раствора, см³	Массовая доля олова, %	Масса навески, г	Полярографируемый объем раствора, см³
От 0,001 до 0,003	1	40	Св. 0,025 до 0,05	0,5	5
Св. 0,003 » 0,01	1	20	» 0,05 » 0,1	0,5	2
» 0,01 » 0,025	1	10	» 0,1 » 0,5	0,1	10

Воронку с осадком помещают над стаканом, в котором проводили осаждение, растворяют осадок в 20 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:3, добавляя несколько капель перекиси водорода при наличии в бронзе марганца.

Фильтр промывают 20 см³ горячей воды, разбавляют раствор до 150 см³ водой, добавляют 15 см³ трилона Б и повторяют осаждение.

После трехкратного переосаждения осадок на фильтре растворяют в 25 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят раствор до метки тем же раствором соляной кислоты и перемешивают.

Одновременно проводят контрольный опыт.

Аликвотную часть полученного раствора (см. табл. 2) переносят в полярографическую ячейку, предварительно промытую соляной кислотой, разбавленной 1:3. Раствор в ячейке деаэрируют, пропуская азот в течение 5—7 мин, затем прекращают перемешивание и снимают катодную поляризационную кривую в интервале напряжений от минус 0,25 до минус 0,7 В. Пик восстановления олова регистрируется при минус 0,5 В. Чувствительность регистрирующего прибора выбирают так, чтобы высота пика олова была не менее 15 мм.

Содержание олова находят методом стандартных добавок. Аликвотную часть раствора А или Б, в зависимости от содержания олова, вводят в полярографируемый раствор, пропускают азот в течение 3 мин и далее ведут анализ так же, как при определении олова в анализируемом растворе. Величину стандартной добавки выбирают так, чтобы высота пика олова после введения добавки увеличилась в 1,5—2 раза. Объем стандартной добавки не должен превышать 0,5 см³.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю олова (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(h - h_1) \cdot V \cdot C \cdot 100}{(h_2 - h)\ m},$$

где h_1 — высота пика олова при полярографировании раствора контрольного опыта, мм;

h — высота пика олова при полярографировании анализируемого раствора, мм;

h_2 — высота пика олова при полярографировании раствора после введения стандартной добавки, мм;

V — объем стандартной добавки, см³;

C — концентрация стандартного раствора, г/см³;

m — масса сплава, взятая на полярографирование, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля олова, %	d, %	D, %	Массовая доля олова, %	d, %	D, %
От 0,001 до 0,003	0,0002	0,0005	Св. 0,025 до 0,05	0,005	0,01
Св. 0,003 » 0,006	0,0005	0,001	» 0,05 » 0,1	0,01	0,02
» 0,006 » 0,010	0,001	0,002	» 0,1 » 0,5	0,02	0,05
» 0,01 » 0,025	0,002	0,005			

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4.2а. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

4.4.2б. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

4.4.2а, 4.4.2б. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4.4.3. При разногласиях в оценке качества бронз применяют полярографический метод.

5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА С ФЕНИЛФЛУОРОНОМ ПОСЛЕ ОТДЕЛЕНИЯ СООСАЖДЕНИЕМ С ДВУОКИСЬЮ МАРГАНЦА

5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения олова с фенилфтолуолом в присутствии аскорбиновой и лимонной кислот, маскирующих железо и сурьму, соответственно, после предварительного отделения олова соосаждением с двуокисью марганца.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и раствор 2 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1, и 1:4 и раствор 2 моль/дм^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота аскорбиновая по нормативно-технической документации, раствор 20 г/дм^3, свежеприготовленный.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 200 г/дм^3, свежеприготовленный.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Марганец азотнокислый по ТУ 6—09—4011, раствор 50 г/дм^3.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/дм^3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Ацетон по ГОСТ 2768.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 10 г/дм^3, свежеприготовленный.

Фенилфлуорон, спиртовой раствор 0,5 г/дм^3; готовят следующим образом: 0,05 г фенилфлуорона растворяют при нагревании в 50 см^3 этилового спирта с добавлением 1 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки этиловым спиртом и сохраняют в темном месте.

Олово по ГОСТ 860 с массовой долей олова не менее 99,9 %.

Стандартные растворы олова.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г олова растворяют в 10 см^3 концентрированной серной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки раствором 2 моль/дм^3 серной кислоты и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 25 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки раствором 2 моль/дм^3 серной кислоты и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г олова.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. *Для бронз с массовой долей кремния до 0,05 %*

Навеску сплава в зависимости от массой доли олова (см. табл. 4) помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. Окислы азота удаляют кипячением и раствор разбавляют водой до объема 50 см^3. Добавляют 5 см^3 раствора азотнокислого марганца (при массовой доле марганца в сплаве более 2 % раствор азотнокислого марганца не добавляют), раствор нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроокиси меди, добавляют 24 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и воды до объема 90 см^3. Раствор нагревают до кипения, добавляют 10 см^3 раствора марганцовокислого калия и кипятят в течение 2 мин. Через

30 мин осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают стакан и осадок 8—10 раз горячим раствором 1 моль/дм³ азотной кислоты до исчезновения синей окраски образовавшейся азотнокислой меди. Осадок с развернутого фильтра смывают водой в стакан, в котором проводили осаждение, фильтр промывают 10 см³ горячего раствора серной кислоты, разбавленной 1:4, содержащего несколько капель раствора перекиси водорода, а затем водой.

Таблица 4

Массовая доля олова, %	Масса навески, г	Объем раствора пробы, см³	Объем аликвотной части раствора, см³	Объем 2 моль/дм³ раствора серной кислоты, см³	Массовая доля олова, %	Масса навески, г	Объем раствора пробы, см³	Объем аликвотной части раствора, см³	Объем 2 моль/дм³ раствора серной кислоты, см³
От 0,01 до 0,06	1	100	10	0,5	Св. 0,12 до 0,25	0,5	250	10	0,5
Св. 0,06 » 0,12	1	100	5	1,5	» 0,25 » 0,50	0,5	250	5	1,5

Промытый фильтр отбрасывают, а фильтрат выпаривают до выделения белого дыма серной кислоты. К охлажденному остатку добавляют, при массовой доле олова от 0,01 % до 0,12 % —20 см³, а при массовой доле олова свыше 0,12 % —50 см³ раствора 2 моль/дм³ серной кислоты и раствор переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 4), доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора (см. табл. 4) помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, добавляют указанный в табл. 4 объем раствора 2 моль/дм³ серной кислоты и поочередно, перемешивая после добавки каждого реактива, добавляют 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 5 см³ раствора лимонной кислоты, 1 см³ раствора желатина, 3 см³ ацетона, 2 см³ раствора фенилфлуорона, доливают водой до метки и перемешивают. По истечении 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с желто-зеленым светофильтром или на спектрофотометре при длине волны 510 нм в кювете длиной 1 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3.2. *Для бронз с массовой долей кремния свыше 0,05 %*

Навеску сплава (см. табл. 4) помещают в платиновую чашку и растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2—3 см³ фтористоводородной кислоты при нагревании.

После растворения добавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки чашки ополаскивают 20 см³ воды, нагревают раствор, переносят в стакан вместимостью 250 см³, доливают водой до объема 50 см³, добавляют 5 см³ раствора азотнокислого марганца и далее анализ проводят, как указано в п. 5.3.1.

5.3.3. *Построение градуировочного графика*

В семь из восьми стаканов вместимостью по 50 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 7,0 см³ стандартного раствора Б олова, растворы выпаривают досуха и охлаждают. Во все стаканы добавляют по 2,5 см³ раствора 2 моль/дм³ серной кислоты, нагревают раствор, добавляют по 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, охлаждают и далее анализ проводят, как указано в п. 5.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий олова.

По полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю олова (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса олова, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

5.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

5.4.3, 5.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ОЛОВА от 0,01 % до 0,25 %)

6.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами олова, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух или ацетилен-закись азота, после предварительного отделения олова соосаждением с двуокисью марганца.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для олова.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и раствор 1,5 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:4 и раствор 2,5 моль/дм^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Марганец азотнокислый по ТУ 6—09—4011, раствор 20 г/дм^3.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/дм^3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Олово по ГОСТ 860 с массовой долей олова не менее 99,9 %.

Стандартный раствор олова; готовят следующим образом: 0,25 г олова растворяют при нагревании в 20 см^3 концентрированной серной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доливают до метки раствором 2 моль/дм^3 серной кислоты и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,0005 г олова.

6.3. Проведение анализа

6.3.1. *Для бронз с массовой долей кремния до 0,05 %*

Навеску сплава в зависимости от массой доли олова (см. табл. 5) помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в азотной кислоте, разбавленной 1:1, объем которой берут в соответствии с указанным в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля олова, %	Масса навески, г	Объем раствора азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, см^3
От 0,01 до 0,10	2	20
Св. 0,10 » 0,25	1	10

Окислы азота удаляют кипячением и раствор разбавляют водой до объема 50 см^3. Доливают 5 см^3 раствора азотнокислого марганца, раствор нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроокиси меди, добавляют 18 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и воды до объема 90 см^3. Раствор нагревают до кипения, добавляют 10 см^3 раствора марганцовокислого калия и кипятят в течение 2 мин. Через 30 мин осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают стакан и осадок 4—5 раз горячим раствором 1,5 моль/дм^3 азотной кислоты. Осадок с развернутого фильтра смывают водой в стакан, в котором проводили осаждение, фильтр промывают 10 см^3 горячего раствора серной кислоты, разбавленной 1:4, содержащего несколько капель раствора перекиси водорода, а затем водой. Промытый фильтр отбрасывают, а раствор выпаривают до влажных солей. После охлаждения добавляют 8 см^3 раствора 1 моль/дм^3 соляной кислоты, переносят в мерную колбу или градуировочную пробирку вместимостью 10 см^3 и доливают до метки раствором 1 моль/дм^3 соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию олова в пламени ацетилен-воздух или ацетилен-закись азота при длине волны 224,6 или 286,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

6.3.2. *Для бронз с массовой долей кремния свыше 0,05 %*

Навеску сплава (см. табл. 5) помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в азотной кислоте, разбавленной 1:1, объем которой берут в соответствии с указанным в табл. 5, и 2 см³ фтористоводородной кислоты. После растворения добавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки чашки ополаскивают 20 см³ воды, нагревают раствор, переносят в стакан вместимостью 250 см³, доливают водой до объема 50 см³, добавляют 5 см³ раствора азотнокислого марганца и далее анализ проводят, как указано в п. 6.3.1.

6.3.3. *Построение градуировочного графика*

В семь из восьми стаканов вместимостью по 250 см³ помещают 0,4; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора олова. Во все стаканы добавляют воду до объема 50 см³, добавляют по 5 см³ раствора азотнокислого марганца и далее анализ проводят как указано в п. 6.3.1.

По полученным данным строят градуировочный график.

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Массовую долю олова (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100 ,$$

где C — концентрация олова, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

6.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

6.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа по Государственным стандартным образцам проводят по п. 2.4.4.

6.4.3, 6.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

7. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ОЛОВА от 0,25 % до 0,5 %)

7.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами олова, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен—воздух или ацетилен—закись азота.

7.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для олова.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 2 и 1 моль/дм³.

Смесь кислот; готовят следующим образом: объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

Олово по ГОСТ 860 с массовой долей олова не менее 99,9 %.

Стандартные растворы олова.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г олова растворяют на водяной бане в 10 см³ смеси кислот, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки раствором 2 моль/дм³ соляной кислоты.

1 см³ раствора А содержит 0,005 г олова.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки раствором 2 моль/дм³ соляной кислоты.

1 см³ раствора Б содержит 0,0005 г олова.

7.3. Проведение анализа

7.3.1. Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ смеси кислот.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, ополаскивают стенки стакана раствором 1 моль/дм³ соляной кислоты и доливают до метки той же кислотой.

Измеряют атомную абсорбцию олова в пламени ацетилен—воздух или ацетилен—закись азота при длине волны 224,6 или 286,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

7.3.2. *Построение градуировочного графика*

В десять из одиннадцати мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 4,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б и 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 14,0 см³ стандартного раствора А олова. Все колбы доливают до метки раствором 2 моль/дм³ соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию олова, как указано в п. 7.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

7.4. Обработка результатов

7.4.1. Массовую долю олова (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100 ,$$

где C — концентрация олова, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

7.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

7.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, проведенных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

7.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа олова проводят по п. 2.4.4.

7.4.3, 7.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.77 № 1614

3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.10—69

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1528—79.
Стандарт соответствует ИСО 4751—84 в части бронз безоловянных

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 61—75	3.2	ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 199—78	3.2	ГОСТ 4461—77	3.2, 4.2, 5.2, 6.2, 7.2
ГОСТ 493—79	Вводная часть	ГОСТ 4658—73	4.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 6006—78	2.2
ГОСТ 859—2001	2.2	ГОСТ 6344—73	2.2
ГОСТ 860—75	2.2, 3.2, 4.2, 5.2, 6.2, 7.2	ГОСТ 9293—74	4.2
ГОСТ 1277—75	3.2	ГОСТ 10484—78	5.2, 6.2
ГОСТ 2768—84	5.2	ГОСТ 10652—73	4.2
ГОСТ 3117—78	4.2	ГОСТ 10929—76	2.2, 3.2, 5.2, 6.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 7.2	ГОСТ 11293—89	3.2, 5.2
ГОСТ 3652—69	5.2	ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2, 4.2, 5.2, 6.2	ГОСТ 18300—87	3.2, 5.2
ГОСТ 4139—75	3.2	ГОСТ 20490—75	5.2, 6.2
ГОСТ 4166—76	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4, 4.4.2б
ГОСТ 4204—77	3.2, 4.2, 5.2, 6.2	ТУ 6—09—4011—75	5.2, 6.2
ГОСТ 4233—77	2.2, 3.2		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)