

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

ОКСТУ 0800

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 полярографический (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 полярографировании 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**

Полярографы переменного тока или осциллографический любого типа со всеми принадлежностями.

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

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



75

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

Водорода перекись по ГОСТ 177—77.

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

Гидроксиламин сернистый 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 см<sup>3</sup> серной кислоты при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> серной кислотой (1:4), охлаждают, доливают до метки этим же раствором и перемешивают.

Массовая концентрация олова в растворе А равна 0,0001 г/см<sup>3</sup>;

раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки серной кислотой (1:4).

Массовая концентрация олова в растворе Б равна 0,00001 г/см<sup>3</sup>.

Раствор готовят в день применения.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 1,0 г помещают в колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:3), колбу накрывают часовым стеклом и нагревают содержимое колбы до растворения навески. Раствор охлаждают, приливают 200 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 2 г сернистого гидроксиламина и 40 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> азотной кислоты, нагревают до растворения осадка, приливают 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 150—200 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> азотнокислого серебра и 20 см<sup>3</sup> надсернистого аммония. Раствор кипятят в течение 10—15 мин, охлаждают, приливают

60—70 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора горячей соляной кислоты. Фильтр промывают той же соляной кислотой порциями по 2—3 см<sup>3</sup>. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> каждая помещают 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,0000025; 0,000005; 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 см<sup>3</sup> 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	0,0002	до	0,0005	включ.	0,0002	
Св.	0,0005	»	0,001	»	0,0005	
	»	0,001	»	0,002	»	0,001
	»	0,002	»	0,005	»	0,002

### 3. ФЛОТАЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на флотации красного комплексного соединения олова (IV) с галленом из водных растворов при pH 1,4 и последующем растворении осадка в смеси бензола или толуола и этилового спирта. Олово предварительно отделяют от хрома окислением последнего до хрома (VI) надсернистым аммонием и осаждением гидроксидов металлов аммиаком.

Оптическую плотность комплекса измеряют на спектрофотометре при длине волны 490 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 490 до 530 нм.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр.

Кислота серная по ГОСТ 14262—78 или по ГОСТ 4204—77, 20 и 7 %-ные растворы и разбавленная 1:3 и 1:4.

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

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77 или по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:3.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77.

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815—76.

Смесь кислот винной и аскорбиновой, свежеприготовленная: по 5 г каждой кислоты растворяют в 20—30 см<sup>3</sup> воды, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:100.

Галлен (пирогаллофталенин), 0,1 %-ный спиртовой раствор: 0,1 г галлена помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растирают стеклянной палочкой с 0,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, затем приливают 50 см<sup>3</sup> этилового спирта и оставляют на сутки. Затем раствор фильтруют через быстрофильтрующий фильтр в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, промывают фильтр несколько раз спиртом и фильтр отбрасывают. Раствор доливают спиртом до метки и перемешивают.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

Перекись водорода по ГОСТ 177—79.

Железо (III) сернистое 9-водное по ГОСТ 9485—74, раствор массовой концентрацией железа 10 мг/см<sup>3</sup>: 50 г сернистого железа растворяют при слабом нагревании в 500 см<sup>3</sup> воды, содержащей 5 см<sup>3</sup> серной кислоты, фильтруют и разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,25 %-ный раствор.

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

Олово металлическое.

Стандартные растворы олова:

раствор А: 0,1000 г металлического олова растворяют в 20 см<sup>3</sup> серной кислоты при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> серной кислотой (1:4), охлаждают, доливают до метки этим же раствором и перемешивают.

Массовая концентрация олова в растворе А равна 0,0001 г/см<sup>3</sup>;

раствор Б: 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки серной кислотой (1:4).

Массовая концентрация олова в растворе Б равна 0,00001 г/см<sup>3</sup>.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 1,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и растворяют в 20 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:3). После растворения навески раствор окисляют азотной кислотой, приливают 2 см<sup>3</sup> раствора сернокислого железа и выпаривают до начала выделения паров серной кислоты. Соли растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> воды, разбавляют водой до 300 см<sup>3</sup>, приливают 25 см<sup>3</sup> азотнокислого серебра, 100 см<sup>3</sup> надсернистого аммония и окисляют хром при умеренном нагревании. Избыток надсернистого аммония разрушают кипячением раствора. Затем приливают аммиак до выпадения осадка и 10 см<sup>3</sup> в избыток, нагревают и оставляют на 15—20 мин в теплом месте для коагуляции осадка, который фильтруют через быстросфильрующий фильтр, промывают 4—5 раз горячим раствором аммиака (1:100). Фильтрат отбрасывают. Осадок растворяют в 20 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), собирая раствор в колбу, в которой проводилось осаждение гидроокисей металлов, приливают 15 см<sup>3</sup> азотнокислого серебра, 50 см<sup>3</sup> надсернистого аммония и проводят окисление оставшегося хрома и осаждение гидроокисей металлов аммиаком, как указано выше.

Осадок с фильтра смывают горячей водой в колбу, где велось осаждение гидроокисей металлов. Фильтр обмывают 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и вновь водой. Приливают 1 см<sup>3</sup> перекиси водорода и выпаривают при умеренном нагревании до 40 см<sup>3</sup>, затем охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 25 см<sup>3</sup> помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 4 см<sup>3</sup> смеси кислот, перемешивают и выдерживают 1—2 мин. Затем приливают 2 см<sup>3</sup> спиртового раствора галлена, объем доводят водой до 50 см<sup>3</sup> и устанавливают рН 1,4 на рН-метре, приливая раствор аммиака. Содержимое стакана переносят в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup> небольшим количеством воды, дают постоять в течение 30 мин,

приливают 10 см<sup>3</sup> бензола или толуола и встряхивают раствор 2 мин.

После разделения фаз водную фазу отбрасывают. К органической фазе приливают 7 см<sup>3</sup> этилового спирта и, перемешивая, растворяют осадок в делительной воронке. Из делительной воронки раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Стенки воронки обмывают этиловым спиртом, им же доливают колбу до метки и перемешивают. Оптическую плотность измеряют на спектрофотометре при длине волны 490 нм или на фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 490 до 530 нм.

Раствором сравнения служит смесь бензола или толуола с этиловым спиртом в соотношении 2:3.

Массу олова находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы или методом сравнения по стандартным образцам металлического хрома близким по составу к анализируемому металлическому хрому и проведенным через все стадии анализа.

### 3.3.2. Построение градуировочного графика

В шесть колб вместимостью по 500 см<sup>3</sup> помещают по 20 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:3), по 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и нагревают. К нагретому раствору приливают по 2 см<sup>3</sup> раствора сернокислого железа. К содержимому пяти колб из шести приливают соответственно 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004 и 0,00005 г олова.

Шестая колба, не содержащая стандартного раствора Б, служит для проведения контрольного опыта на содержание олова в реактивах. Растворы выпаривают до начала выделения паров серной кислоты. Далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующему им содержанию олова строят градуировочный график.

## 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю олова ( $X$ ) в процентах, определенную методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

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

где  $m_1$  — масса олова, найденная по градуировочному графику, г;  
 $m$  — масса навески, г.

3.4.2. Массовую долю олова ( $X_1$ ) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C(D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где  $C$  — массовая доля олова в стандартном образце, %;

$D$  — оптическая плотность анализируемого раствора металлического хрома;

$D_1$  — оптическая плотность раствора стандартного образца;

$D_2$  — оптическая плотность раствора контрольного опыта.

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



На обложке и первой странице под обозначением стандарта указать обозначение: (СТ СЭВ 5281—85).

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает полярографический (при массовой доле олова от 0,0002 до 0,005 %), флотацанно-фотометрический с галленом и фотометрический с фенилафлуороном (при массовой доле олова от 0,001 до 0,005 %) методы определения олова в металлическом хrome.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5281—85».

Пункт 2.1 после слов «ртутного анода» дополнить словами: «или насыщенного каломельного электрода».

Пункт 2.2. Заменить слова: «Железо, восстановленное водородом» на «Железо металлическое, не содержащее олова»;

дополнить абзацами (после пятнадцатого):

«Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>»;

«Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77»;

заменить ссылку: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84;

исключить ссылку: ГОСТ 4815—76.

Пункт 2.3.1. Первый абзац после слов «2 г сернокислого гидроксидламина» дополнить словами: «1 см<sup>3</sup> раствора сернокислой меди»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Осадок растворяют на фильтре 10—15 см<sup>2</sup> раствора горячей соляной кислоты. Фильтр промывают той же соляной кислотой порциями по 2—3 см<sup>3</sup>».

Раздел 2 дополнить пунктами — 2.3.1.1, 2.3.1.2: «2.3.1.1. При полярографировании относительно ртутного анода раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, доливают до метки раствором соляной кислоты, перемешивают и переливают в стакан. Прибавляют 0,1—0,2 г аскорбиновой кислоты или металлического железа. Раствор оставляют до полного обесцвечивания, периодически забалтывая. 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 от минус 0,48 В относительно анодной ртути.

2.3.1.2. При полярографировании относительно насыщенного каломельного электрода раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, прибавляют 0,2 г хлористого натрия, перемешивают до его растворения, доливают до метки раствором соляной кислоты и перемешивают. Раствор переносят в стакан и пропускают через него в течение 5 мин аргон (азот, водород), переносят в электролизер и полярографируют при потенциале пика минус 0,48 В относительно каломельного электрода».

Пункт 2.3.2. Заменить слово: «Содержание» на «Массовую долю».

Пункт 3.2. Третий абзац изложить в новой редакции: «Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78 или по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:3 и 1:4»;

пятый абзац дополнить словами: «и раствор с молярной концентрацией 0,2 моль/дм<sup>3</sup>»;

после слов «Раствор доливают спиртом до метки и перемешивают» дополнить абзацами: «При необходимости раствор галлена очищают: в делительную воронку вместимостью 2 дм<sup>3</sup> приливают 250 см<sup>3</sup> раствора хлористого калия, 323 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 0,2 моль/дм<sup>3</sup>, 427 см<sup>3</sup> воды и перемешивают. Затем в делительную воронку вливают 100 см<sup>3</sup> раствора галлена и 80 см<sup>3</sup> бен-

(Продолжение см. с. 64)

зола. Смесь встряхивают в течение 5 мин. Органическую фазу, содержащую продукты окисления галлена, отбрасывают. К раствору вновь приливают 80 см<sup>3</sup> бензола и встряхивают. Органическую фазу отбрасывают. Экстракцию с бензолом повторяют до обесцвечивания бензольного экстракта. Водную фазу, содержащую 1 г/дм<sup>3</sup> галлена, переливают в склянку и хранят в темном месте не более 5 сут.

Калий хлористый 2-водный по ГОСТ 4161—77, раствор с молярной концентрацией 0,2 моль/дм<sup>3</sup>;

заменить ссылки: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84, ГОСТ 177—79 на ГОСТ 177—77.

Пункт 3.3.4; Третий абзац. Заменить слова: «Затем приливают 2 см<sup>3</sup> спиртового раствора галлена» на «Затем приливают 2 см<sup>3</sup> спиртового раствора или 20 см<sup>3</sup> водного раствора (очищенного) галлена».

Стандарт дополнить разделом — 4:

#### 4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

##### 4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании оранжево-красного комплексного соединения олова (IV) с фенилфлуороном, стабилизируемого желатином в растворе серной кислоты с молярной концентрацией 0,5—0,65 моль/дм<sup>3</sup>.

Оптическую плотность комплекса измеряют на спектрофотометре при длине волны 510 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 480 до 530 нм. От мешающих элементов олово отделяют тионалидом в присутствии коллектора — меди с последующим осаждением гидроксидов металлов аммиаком.

##### 4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями  
Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78 или по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1, 1:3, 1:4 и 1:50.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84 или по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:3.

Кислота аскорбиновая, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:50.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Тионалид, спиртовой раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 1 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478—75, свежеприготовленный раствор 250 г/дм<sup>3</sup>.

Железо (III) сернокислое 9-вольное по ГОСТ 9485—74, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Гидразин сернистый по ГОСТ 5841—74, свежеприготовленный раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Желатин по ГОСТ 23058—78, свежеприготовленный раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Индикаторная бумага Конго.

Индикатор универсальный, бумага.

Эфир этиловый уксусной кислоты.

Фенилфлуорон, спиртовой раствор 0,3 г/дм<sup>3</sup>: 0,03 г фенилфлуорона растворяют на водяной бане в 20—30 см<sup>3</sup> теплого спирта, содержащего 1 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и охлаждают. Переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают спиртом до метки и перемешивают. Хранят в темном месте.

При необходимости фенилфлуорон перекристаллизовывают:

2 г фенилфлуорона помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> эфира, 15 см<sup>3</sup> серной кислоты и тщательно перемешивают. Не охлаждая, к раствору приливают 150 см<sup>3</sup> воды. Выпавший осадок отфильтровывают под вакуумом на плотный фильтр, помещенный в воронку Бюхнера, не-

(Продолжение см. с. 65)

сколько раз промывают эфиром, расходуя на промывание не более 100 см<sup>3</sup>. Промытый осадок помещают в стакан, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, перемешивают и выдерживают на горячей водяной бане при температуре (85±5) °С в течение 1 ч. Осадок отфильтровывают под вакуумом на плотный фильтр, помещенный на воронку Бюхнера, промывают несколько раз водой и высушивают на воздухе. Олово металлическое по ГОСТ 860—75.

#### Стандартные растворы олова

раствор А: 0,1000 г олова растворяют в 20 см<sup>3</sup> серной кислоты при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> серной кислотой (1:4) охлаждают, доливают до метки этим же раствором и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> стандартного раствора А содержит 0,0001 г олова.

раствор Б: 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки раствором серной кислоты (1:4). 1 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б содержит 0,00001 г олова. Раствор готовят перед применением.

#### 4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску пробы массой 1,0 г помещают в колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 40 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:3), колбу накрывают часовым стеклом и нагревают, не выпаривая, до растворения навески. Раствор охлаждают, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, 100 см<sup>3</sup> раствора сернистого гидразина, 1 см<sup>3</sup> раствора сернистой меди и 40 см<sup>3</sup> раствора тиоцианида. Раствор 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, в которой проводилось осаждение. Фильтр обмывают 10—15 см<sup>3</sup> горячего раствора азотной кислоты, затем горячей водой, присоединяя промывные воды к содержимому колбы. Приливают 50 см<sup>3</sup> азотной кислоты, затем 5 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. Во время выделения паров серной кислоты прибавляют по каплям перекись водорода до полного просветления раствора. Затем к раствору приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 150—200 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, 20 см<sup>3</sup> надсернистого аммония и раствор кипятят в течение 10—15 мин. Раствор охлаждают до 60—70 °С, приливают 2 см<sup>3</sup> раствора сернистого железа и аммиак до pH 8—9 (по универсальной индикаторной бумаге). Раствор с осадком оставляют стоять в теплом месте в течение 10—15 мин, затем отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности и промывают 5—6 раз горчичным раствором аммиака. Фильтрат отбрасывают.

Осадок на фильтре растворяют в 5 см<sup>3</sup> горячей серной кислоты (1:3) в колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Фильтр промывают 4—5 раз горячей серной кислотой (1:50), собирая промывные воды в ту же колбу. Колбу, в которой велось осаждение гидроксидов, обмывают 5—7 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:3) и присоединяют к основному фильтрату. Объем раствора должен быть не более 50 см<sup>3</sup>.

4.2.1.1. При массовой доле олова свыше 0,003 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки, перемешивают. В колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть 50 см<sup>3</sup>.

4.2.2. Весь раствор, полученный по п. 4.2.1, или его аликвотную часть, полученную по п. 4.2.1.1, нейтрализуют аммиаком до pH 4—5 (по бумаге Конго). Затем при перемешивании добавляют 6 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1), 4 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия. Через 5 мин добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, 4 см<sup>3</sup> раствора желатина, 20 см<sup>3</sup> спирта, 5 см<sup>3</sup> раствора фенолфталеина. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Через 25—30 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 510 нм или фотозлектроколориметре в области светопропускания от 480 до 530 нм.

Раствором сравнения служит спирт.

(Продолжение см. с. 66)

Массу олова находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы или методом сравнения со стандартным образцом металлического хрома, проведенным через весь ход анализа.

#### 4.2.3. Построение градуировочного графика

В шесть из семи колб вместимостью 500 см<sup>3</sup> приливают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025 и 0,00003 г олова. В семь колб приливают по 40 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:3), колбы накрывают часовым стеклом и нагревают, не выпаривая.

Раствор седьмой колбы, не содержащий стандартного раствора олова, служит для проведения контрольного опыта при построении градуировочного графика.

Растворы охлаждают, приливают по 100 см<sup>3</sup> воды, по 100 см<sup>3</sup> раствора сернистого гидразина, по 1 см<sup>3</sup> раствора сернистой меди и по 40 см<sup>3</sup> раствора тионалида. Далее анализ проводят как указано в пп. 4.2.1 и 4.2.2.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им содержаниям олова строят градуировочный график.

#### 4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массовую долю олова ( $X$ ) в процентах, определенную методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

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

где  $m_1$  — масса олова, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески пробы или масса, соответствующая аликвотной части раствора пробы, г.

4.3.2. Массовую долю олова ( $X_1$ ) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C(D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где  $C$  — массовая доля олова в стандартном образце, %;

$D$  — оптическая плотность анализируемого раствора металлического хрома;

$D_1$  — оптическая плотность раствора стандартного образца;

$D_2$  — оптическая плотность раствора контрольного опыта.

4.3.3. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допустимых значений, указанных в таблице.

(ИУС № 1 1987 г.)