

**СВИНЕЦ**

Методы определения олова

Lead.  
Methods for the determination of tin**ГОСТ****20580.6—80\***

[СТ СЭВ 911—78]

ОКСТУ 1725

Взамен  
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 фотометрировании оранжево-красного фенолфлуоронового 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/дм<sup>3</sup> и с  $(\text{HNO}_3) = 0,2$  моль/дм<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup> этилового спирта в присутствии 2 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) при нагревании на водяной бане до получения прозрачного раствора.

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

Олово металлическое по ГОСТ 860—75.

Стандартные растворы олова.

Раствор А: 0,1 г олова растворяют в 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и нагревают до выделения паров серного ангидрида. После охлаждения разбавляют серной кислотой (1:9), переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят до метки этой же кислотой.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг олова.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и разбавляют до метки серной кислотой (1:9). Раствор готовят перед употреблением.

1 см<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup>
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 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 1), содержащей 0,5 см<sup>3</sup> 50%-ного раствора винной кислоты. При массовой доле олова свыше 0,002% раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доливают до метки раствором азотной кислоты концентрации 0,5 моль/дм<sup>3</sup> и перемешивают. Весь раствор или его аликвотную часть, отобранную по табл. 1, выпаривают досуха на водяной бане.

Остаток растворяют в 5 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты концентрации 0,5 моль/дм<sup>3</sup> при 0,2 г навеске или в 10 см<sup>3</sup> — 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/дм<sup>3</sup> и переводят раствор в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>. стакан обмывают 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты концентрации 0,5 моль/дм<sup>3</sup> при 0,2 г навеске и 20 см<sup>3</sup> — при 1 г навеске (в первом случае объем должен быть 20 см<sup>3</sup>, во втором — 40 см<sup>3</sup>).

Приливают 2 см<sup>3</sup> раствора купферона, перемешивают, прибавляют 5 см<sup>3</sup> хлороформа и встряхивают 1 мин. Хлороформную фазу переводят в другую делительную воронку и экстракцию повторяют еще два раза, прибавляя каждый раз 2 см<sup>3</sup> раствора купферона и 5 см<sup>3</sup> хлороформа. Объединенные хлороформные экстракты промывают три раза раствором азотной кислоты концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup>, прибавляя ее по 5 см<sup>3</sup> каждый раз. Промытую хлороформную фазу сливают в стакан вместимостью 50 мл и нагревают на водяной бане до удаления основной части хлороформа.

Приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и нагревают на водяной бане до полного удаления хлороформа. Приливают 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды и выпаривают почти досуха (остаток должен быть около 0,3 см<sup>3</sup>).

После охлаждения приливают 5 см<sup>3</sup> 5%-ного раствора винной кислоты, нагревают, охлаждают и переливают раствор в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. При наличии осадка сульфата свинца раствор фильтруют через плотный фильтр «синяя лента», собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, промывая осадок и стакан раствором кислоты (1 : 49). Прибавляют одну каплю раствора фенолфталеина, нейтрализуют аммиаком до слабо-розовой окраски, прибавляют 1,5 см<sup>3</sup> серной кислоты (1 : 1), охлаждают, прибавляют 2,5 см<sup>3</sup> раствора желатина, 5 см<sup>3</sup> раствора фенолфталеона (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 см<sup>3</sup> помещают 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 и 3,0 см<sup>3</sup> раствора В (шестой служит для проведения контрольного опыта), что соответствует 2, 5, 10, 20 и 30 мкг олова, выпаривают до выделения паров сернистого ангидрида и охлаждают. Во все шесть стаканов прибавляют по 5 см<sup>3</sup> 5%-ного раствора винной кислоты и переводят в мерные колбы вместимостью 25 см<sup>3</sup>, 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, ППТ-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 см<sup>3</sup> серной кислоты, нагревают до полного растворения навески и начала выделения

паров серниого ангидрида. После охлаждения добавляют 100 см<sup>3</sup> серной кислоты (1 : 10), выдерживают до растворения соли и переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Объем раствора доводят до метки серной кислотой (1 : 10) и тщательно перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,1 мг олова.

Растворы с известным содержанием олова: в шесть мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> отмеривают пипетками соответственно 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора олова, прибавляют в каждую колбу по 2,5 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, доводят до метки соляной кислотой (1 : 3) и перемешивают.

Растворы с известным содержанием соответственно содержат 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 5,0 мг олова в литре.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3.2. Проведение анализа

Навеску свинца массой 2—4 г в зависимости от массовой доли олова помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 20—50 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 3), накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании.

После растворения навески раствор охлаждают, разбавляют холодной водой до 70—80 см<sup>3</sup>, добавляют небольшими порциями при перемешивании 15 см<sup>3</sup> серной кислоты (1 : 1) и оставляют в холодильнике с проточной водой на 1 ч.

Осадок сульфата свинца отфильтровывают на бумажный фильтр «белая лента», конус которого на  $\frac{1}{2}$  заполнен фильтробумажной массой. Собирают фильтрат в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Осадок в колбе и на фильтре промывают шесть раз серной кислотой (1 : 20).

К фильтрату приливают 10 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого стронция при перемешивании и оставляют в холодильнике с проточной водой на 30 мин. Осадок отфильтровывают на плотный двойной фильтр «синяя лента», собирая фильтрат в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Осадок в колбе и на фильтре промывают шесть раз холодной серной кислотой (1 : 20).

К фильтрату приливают 2,5 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, перемешивают, нагревают до 50—60°C, прибавляют аммиак до осаждения гидроокисей и в избыток 10 см<sup>3</sup>, оставляют при той же температуре на 20—25 мин, после чего фильтруют на фильтр средней плотности «белая лента». Колбу и осадок промывают по три раза горячей водой (70—80°C).

Осадок с развернутого фильтра смывают тонкой струей горячей соляной кислоты (1 : 3) в ту же колбу, в которой велось осаждение, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 25 или 50 см<sup>3</sup>, доводят до метки той же кислотой и перемешивают.

Часть раствора (20 см<sup>3</sup>) наливают в стаканчик, прибавляют около 1 г металлического железа, восстановленного водородом, и оставляют до полного восстановления трехвалентного железа и обесцвечивания раствора. За 5 мин до полярографирования прибавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора желатина.

Раствор заливают в электролизер, придерживая частички железа у дна стаканчика магнитом, и проводят полярографирование олова при потенциале пика минус 0,50 В (по отношению к насыщенному каломельному электроду), начальном напряжении минус 0,3 В, конечном — минус 0,7 В, скорости напряжения 0,5 В/с в периоде капания ртути из капилляра 5—6 с, задержке 2,8—4 с по схеме прибора «дифференциальная 1—3».

При использовании полярографа переменного тока с периодом капания ртути из капилляра 2—3 с полярографирование проводят в оптимальных условиях.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю олова ( $X_1$ ) в процентах при фотометрическом методе определения вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

где  $m_1$  — масса олова, найденная по градуировочному графику, г;  
 $V$  — объем исходного раствора, см<sup>3</sup>;  
 $V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;  
 $m$  — масса навески свинца, г.

4.2. Массовую долю олова ( $X_2$ ) в процентах при полярографическом методе определения вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{h \cdot c \cdot V}{H \cdot m \cdot 1000} \cdot 100,$$

где  $h$  — высота волны раствора анализируемой пробы, мм;  
 $c$  — концентрация олова в растворе с известным содержанием;  
 $V$  — объем раствора анализируемой пробы, см<sup>3</sup>;  
 $m$  — масса навески в аликвотной части раствора, г;  
 $H$  — высота волны раствора с известным содержанием олова, мм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0002 до 0,0005	0,00015
Св. 0,0005 > 0,001	0,0003
> 0,001 > 0,002	0,0004
> 0,002 > 0,005	0,0007
> 0,005 > 0,01	0,001
> 0,01 > 0,015	0,0015
> 0,015 > 0,03	0,003
> 0,03 > 0,05	0,005
> 0,05 > 0,07	0,007
> 0,07 > 0,1	0,01
> 0,1 > 0,2	0,015

Под наименованием стандарта заменить код: ОКСТУ 1725 на ОКСТУ 1709.

Пункт 1.1 после слова «анализа» дополнить словами: «и требованиями безопасности».

Пункт 1.2 исключить.

Пункт 2.1. Заменить слова: «5 и 50 %-ные растворы» на «растворы с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup> и 500 г/дм<sup>3</sup>»; «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>»; «по ГОСТ 5850—72, 1 %-ный раствор» на «по ТУ 6—09—5360—87, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>»; «0,03 %-ный раствор» на «по ТУ 6—09—05—289—78, раствор с массовой концентрацией 0,3 г/дм<sup>3</sup>»; «0,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>».

Раствор А. Заменить значение: 0,1 г на 0,100 г;

пятый абзац дополнить ссылкой: «по ГОСТ 22867—77»;

заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 2.2.1. Таблица 1. Графа «Масса навески свинца, г». Заменить значения: 1,0 на 1,000 (2 раза); 0,2 на 0,200 (2 раза);

заменить слова: «50 %-ного раствора винной кислоты» на «раствора винной кислоты с массовой концентрацией 500 г/дм<sup>3</sup>»; «5 %-ного раствора винной кислоты» на «раствора винной кислоты с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>»;

заменить значение: 50 мл на 50 см<sup>3</sup>.

Пункт 2.2.2. Первый абзац. Заменить слова: «5 %-ного раствора винной кислоты» на «раствора винной кислоты с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>».

Пункт 3.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Полярограф осциллографический или полярограф переменного тока любого типа»;

заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>»; «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>»; «0,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>»; «Раствор олова» на «Стандартный раствор олова»; «Растворы с известным содержанием олова» на «Градуировочные растворы»; «Растворы с известным содержанием» на «Градуировочные растворы» «в литре» на «в 1 дм<sup>3</sup>».

Раствор олова. Заменить значение: 0,1 г на 0,100 г.

Пункт 3.2. Первый абзац. Заменить значения: 2—4 г на 2,000—4,000 г;

пятый абзац. Заменить слово: «гидроокисей» на «гидроксидов»;

седьмой абзац. Заменить слова: «За 5 мин до полярографирования» на «За 5 мин до полярографирования на осциллографическом полярографе».

Пункт 4.2. Экспликация. Заменить слова: «в растворе с известным содержанием» на «в градуировочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>»; «раствора с известным содержанием олова» на «олова в градуировочном растворе».

Пункт 4.3 изложить в новой редакции: «4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Допускаемые расхождения параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,0002 до 0,0005 включ.	0,0001	0,0001
Св. 0,0005 » 0,0010 »	0,0003	0,0004
» 0,0010 » 0,0020 »	0,0004	0,0005
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0006	0,0008
» 0,0050 » 0,0100 »	0,0010	0,0013
» 0,010 » 0,015 »	0,001	0,002
» 0,015 » 0,030 »	0,003	0,004
» 0,030 » 0,050 »	0,005	0,006
» 0,050 » 0,100 »	0,008	0,010
» 0,10 » 0,20 »	0,01	0,02