

## ФЕРРОНИОБИЙ

## Метод определения содержания олова

Ferroniobium. Method for the determination of tin content

ГОСТ  
15933.14-70

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 6/У 1970 г. № 626 срок введения установлен с 1/VI 1971 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на феррониобий и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания олова (при содержании олова от 0,005 до 0,10%).

Метод основан на образовании окрашенного в оранжево-красный цвет коллоидного соединения олова с паранигтрофенилфлуороном, стабилизируемого желатиной. Отделение ниобия производят сплавлением с перекисью натрия, с последующим выщелачиванием плава насыщенным раствором хлористого натрия. Олово осаждают аммиаком вместе с алюминием, применяя в качестве коллектора алюмокалиевые квасцы.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на феррониобий.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 15933.0-70.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Перекись натрия.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233-66, насыщенный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-67, разбавленная 1:1.

Квасцы алюмокалиевые (алюминий-калий сернокислый) по ГОСТ 4329-68, 1%-ный раствор.



2.91-95  
75-

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66, разбавленная 1:4.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—65, 2,5%-ный раствор.

Аскорбиновая кислота (витамин С) по ГОСТ 4815—54, 5%-ный раствор.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—68.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—69.

Буферный раствор; готовят следующим образом: 20 г уксуснокислого натрия растворяют при нагревании в 70 мл воды, прибавляют 70 мл уксусной кислоты и разбавляют водой до 200 мл.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Желатина пищевая по ГОСТ 11293—65, 0,5%-ный раствор.

Паранитрофенилфлуорон, 0,05%-ный спиртовой раствор; готовят следующим образом; 0,025 г паранитрофенилфлуорона растворяют в 45 мл этилового спирта, прибавляют 1 мл разбавленной 1:1 соляной кислоты и, если плохо растворяется, слегка подогревают до полного растворения паранитрофенилфлуорона. После охлаждения доливают спиртом до 50 мл и перемешивают.

Стандартные солянокислые растворы олова.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г металлического олова растворяют в 30 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. После растворения переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки разбавленной 1:1 соляной кислотой и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,1 мг олова.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, приливают 20 мл разбавленной 1:1 соляной кислоты, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,001 мг олова. Раствор готовят в день применения. Стандартные сернокислые растворы олова. Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г металлического олова растворяют при нагревании в 20 мл разбавленной 1:4 серной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,1 мг олова.

Раствор Б; готовят следующим образом: 1 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, приливают 5 мл разбавленной 1:4 серной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,001 мг олова.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску феррониобия 1 г помещают в железный тигель, прибавляют 5—7 г перекиси натрия, перемешивают стеклянной па-

лочкой и сплавляют в муфельной печи при 850—900°C. После охлаждения тигель помещают в стакан вместимостью 250—300 мл, приливают 30 мл насыщенного раствора хлористого натрия и сразу закрывают стакан часовым стеклом. Когда закончится бурная реакция, стекло снимают, ополаскивают его над стаканом водой, вынимают тигель и обмывают его струей воды из промывалки. Стакан ставят на плиту и кипятят его содержимое в течение 3—5 мин для разрушения перекиси натрия. После охлаждения содержимое стакана переливают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и хорошо перемешивают. Когда раствор отстоится, его фильтруют через сухой фильтр «синяя лента». Первые порции фильтрата отбрасывают. Аликвотную часть 25 мл помещают в колбу вместимостью 100 мл, нейтрализуют по фенолфталеину, разбавленной 1:1 соляной кислотой до кислой реакции, приливают 5 мл 1%-ного раствора алюмокалиевых квасцов и осаждают олово аммиаком вместе с суммой гидроокисей, добавляя аммиак до появления запаха. Раствор кипятят в течение 2—3 мин для лучшей коагуляции осадка и затем фильтруют через фильтр «красная лента». Осадок гидроокисей промывают на фильтре 6—7 раз горячей водой, после чего струей воды из промывалки смывают осадок с фильтра в тот же стакан, в котором производилось осаждение осадка. Фильтр промывают 2—3 раза горячей разбавленной 1:1 соляной кислотой и 6—8 раз горячей водой. К раствору приливают 5 мл разбавленной 1:4 серной кислоты и выпаривают до начала выделения паров серного ангидрида, затем приливают 10 мл воды и после растворения солей отфильтровывают через гигроскопическую вату осадок кремниевой кислоты. Ватный фильтр промывают 5—6 раз горячей водой и осадок отбрасывают. Раствор нейтрализуют аммиаком по фенолфталеину до появления розовой окраски, приливают по каплям разбавленную 1:4 серную кислоту до исчезновения розовой окраски и в избыток 5 мл. После этого прибавляют 3—5 капель 2,5%-ного раствора марганцовокислого калия для окисления олова и сурьмы, оставляют раствор на 3 мин, прибавляют 1 мл 5%-ного раствора аскорбиновой кислоты, 10 мл буферного раствора, 5 мл этилового спирта, 1 мл 0,5%-ного раствора желатин и 2 мл 0,05%-ного раствора паранитрофенилфлуорона. После прибавления каждого реактива, раствор хорошо перемешивают. Затем переливают раствор в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и тщательно перемешивают. Через 40—60 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектродетекторе с зеленым светофильтром (область светопропускания 508 мкм) в кювете с толщиной слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

### 3.1. Построение калибровочного графика

В колбы вместимостью по 100 мл отбирают пипеткой 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 мл стандартного раствора Б, что соответствует 10, 20, 30, 40 и 50 мкг олова, приливают по 1 мл концентрированной серной кислоты, нагревают до начала выделения паров серного ангидрида, охлаждают, приливают 15—20 мл воды и перемешивают, после чего прибавляют одну каплю фенолфталеина, нейтрализуют аммиаком до окрашивания раствора в розовый цвет, прибавляют 5 мл разбавленной 1 : 4 серной кислоты и далее поступают, как указано в разд. 3.

По найденным значениям оптической плотности с учетом поправки контрольного опыта на содержание олова в реактивах и соответствующим им концентрациям олова строят калибровочный график.

## 4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Содержание олова в феррониобии ( $X$ ) в процентах вычисляют по формулам:

при построении калибровочного графика

$$X = \frac{g \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot G \cdot 1000},$$

где:

$g$  — количество олова, найденное по калибровочному графику, в мкг;

$V$  — общий объем испытуемого раствора в мл;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, взятый для колориметрирования, в мл;

$G$  — навеска пробы в г;

при сравнении со стандартным раствором олова

$$X_1 = \frac{g(D - D_2) \cdot 100}{(D_1 - D_2) \cdot G},$$

где:

$g$  — количество олова в стандартном растворе, взятом для колориметрирования, в г;

$D$  — оптическая плотность испытуемого раствора;

$D_1$  — оптическая плотность стандартного раствора;

$D_2$  — оптическая плотность раствора контрольного опыта;

$G$  — навеска, соответствующая колориметрируемой части раствора, в г.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа не должны превышать величин, указанных в таблице.

Содержание олова в %	Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа в абс. %
От 0,005 до 0,010	0,0010
Св. 0,010 „ 0,03	0,0030
„ 0,03 „ 0,05	0,0050
„ 0,05 „ 0,10	0,0100