

ГОСТ 851.11—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

## Метод определения олова

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
М и н с к

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Госстандартом Украины

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 3 от 17 февраля 1993 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|--------------------------|---|
| Республика Армения       | Армгосстандарт                                      |
| Республика Белоруссия    | Белстандарт   |
| Республика Казахстан     | Госстандарт Республики Казахстан                    |
| Республика Молдова       | Молдовастандарт                                     |
| Российская Федерация     | Госстандарт России                                  |
| Туркменистан             | Туркменглавгосинспекция                             |
| Республика Узбекистан    | Узгосстандарт                                       |
| Украина                  | Госстандарт Украины                                 |

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 20 февраля 1996 г. № 82 межгосударственный стандарт ГОСТ 851.11—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

**МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ****Метод определения олова**

Primary magnesium. Method for determination of tin

МКС 77.120.20  
ОКСТУ 1709

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения олова (при массовой доле олова от 0,001 до 0,030 %) в первичном магнии.

Метод основан на образовании в сернистой среде при рН 3 коллоидного раствора комплексного соединения олова (IV) с фенолфлуороном желто-оранжевого цвета и последующем измерении оптической плотности раствора.

**1 Общие требования**

1.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

1.2 Массовую долю олова определяют из двух параллельных навесок.

**2 Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический.

Кислота соляная — по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

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

Кислота азотная — по ГОСТ 4461.

Аммиак водный — по ГОСТ 3760, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм<sup>3</sup>.

Фенолфлуорон (2, 3, 7 — триокси-9-(диметил-аминофенил)-флуорон-6) — по ТУ 6-09-05-289, раствор с массовой концентрацией 0,3 г/дм<sup>3</sup>: 0,03 г фенолфлуорона растворяют в этиловом спирте, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1) и доливают этиловым спиртом до объема 100 см<sup>3</sup>. Реактив должен иметь розовый цвет.

Спирт поливиниловый — по ГОСТ 10779, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>, или желатин пищевой — по ГОСТ 11293, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный.

Натрий уксуснокислый 3-водный — по ГОСТ 199.

Кислота уксусная — по ГОСТ 61, раствор с массовой концентрацией 700 г/дм<sup>3</sup>.

Буферный раствор с рН 3: 20 г уксуснокислого натрия растворяют в 70 см<sup>3</sup> воды, фильтруют в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, прибавляют 48 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Олово — по ТУ 6-09-2704.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Водорода перекись — по ГОСТ 10929, раствор с массовой концентрацией 30 г/дм<sup>3</sup>.

п-нитрофенол — по ТУ 6-09-3973, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>.

Стандартные растворы олова:

Раствор А: 0,100 г олова растворяют в 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и упаривают до паров серной кислоты. Остаток охлаждают до комнатной температуры, растворяют в 50 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:9), переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают раствором серной кислоты (1:9) до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

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

Раствор Б: 1 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают раствором серной кислоты (1:9) до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 1 мкг олова.

### 3 Проведение анализа

3.1 Навеску массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:4), 2—3 капли азотной кислоты, нагревают и кипятят в течение 10 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 2—10 см<sup>3</sup> (таблица 1) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 1—2 капли раствора п-нитрофенола и нейтрализуют раствором аммиака до появления желто-зеленой окраски. Затем приливают по каплям раствор серной кислоты (1:9) до обесцвечивания раствора, добавляют 1,4 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1), 1 см<sup>3</sup> раствора перекиси водорода, 10 см<sup>3</sup> буферного раствора, 5 см<sup>3</sup> раствора поливинилового спирта или 2,5 см<sup>3</sup> раствора желатина, 1 см<sup>3</sup> раствора фенолфталеина, доливают водой до метки и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны от 490 до 510 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Т а б л и ц а 1

| Массовая доля олова, %   | Объем аликвотной части, см <sup>3</sup> |
|--------------------------|---|
| От 0,001 до 0,006 включ. | 10                                      |
| * 0,002 * 0,012 *        | 5                                       |
| * 0,005 * 0,030 *        | 2                                       |

#### 3.2 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью 50 см<sup>3</sup> наливают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 мкг олова. В седьмую колбу, раствор которой является раствором контрольного опыта, при-

ливают 1 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:9). Во все колбы добавляют воду до объема 20 см<sup>3</sup>, по 1—2 капли раствора п-нитрофенола, нейтрализуют раствором аммиака до появления желто-зеленой окраски и далее поступают, как указано в 3.1.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график в соответствии с ГОСТ 25086.

При построении градуировочного графика каждую градуировочную точку строят по среднему арифметическому результату трех определений оптической плотности.

### 4 Обработка результатов анализа

4.1 Массовую долю олова ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1}, \quad (1)$$

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

$V$  — общий объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г.

#### 4.2 Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений ( $d_2$  — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях ( $D$  — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений ( $\Delta$  — показатель точности) при доверительной вероятности  $P = 0,95$  указаны в таблице 2.

Таблица 2

| Массовая доля олова, %     | Характеристика погрешности определений, % |        |          |
|----------------------------|---|--------|----------|
|                            | $d_2$                                     | $D$    | $\Delta$ |
| От 0,0010 до 0,0030 включ. | 0,0005                                    | 0,0008 | 0,0006   |
| Св. 0,0030 » 0,0100 »      | 0,0010                                    | 0,0015 | 0,0012   |
| » 0,010 » 0,030 »          | 0,0020                                    | 0,0030 | 0,0020   |

#### 4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор А.

4.4 При оформлении результатов анализа делают ссылку на данный стандарт и указывают метод и результаты контроля точности.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

### ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|-------------------------|---|-------------------------|
| ГОСТ 8.315–97                           | Раздел 2                | ГОСТ 10929–76                           | Раздел 2                |
| ГОСТ 61–75                              | Раздел 2                | ГОСТ 11293–89                           | Раздел 2                |
| ГОСТ 199–78                             | Раздел 2                | ГОСТ 14261–77                           | Раздел 2                |
| ГОСТ 3760–79                            | Раздел 2                | ГОСТ 25086–87                           | 1.1; 3.2; 4.3           |
| ГОСТ 4204–77                            | Раздел 2                | ТУ 6-09-3973–75                         | Раздел 2                |
| ГОСТ 4461–77                            | Раздел 2                | ТУ 6-09-2704–88                         | Раздел 2                |
| ГОСТ 10779–78                           | Раздел 2                | ТУ 6-09-05-289–88                       | Раздел 2                |