

## СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

## Метод определения олова

Lead-antimony alloys. Method for the determination of tin

ГОСТ  
1293.10—83  
(СТ СЭВ 3500—81)Взамен  
ГОСТ 1293.10—74

ОКП 17 2532

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 8 февраля 1983 г. № 704 срок действия установлен

с 01.07.83  
до 01.07.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения олова при массовой доле олова от 0,001 до 0,6% в свинцово-сурьмянистых сплавах.

Метод основан на экстрагировании хлороформом в азотнокислой среде комплексного соединения четырехвалентного олова с купфероном и последующем измерении оптической плотности желтого фенилфлуоронового комплекса при длине волны 530 нм.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3500—81.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 1293.0—83.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1 и растворы 0,2 и 0,5 М. Разбавленные растворы готовят из концентрированной кислоты после удаления окислов азота кипячением в течение 10—15 мин.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:10 и 1:49.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 5 и 50%-ные растворы.



Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Вода бромная насыщенная.

Фенол по ГОСТ 6417—72, 1%-ный раствор.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

N-нитрозо-N-фенилгидроксиламин аммонийная соль (купферон) по ГОСТ 5857—79, 0,1%-ный свежеприготовленный раствор. Готовят на охлажденной до 10°C воде. Допускается применение только светлого реактива.

Хлороформ.

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

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75 и 0,1 М раствор.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962—67.

Конго красный, индикаторная бумага.

Фенилфлуорон (2, 3, 7-тригидрокси-9-фенил-6-флуорон).

Олово по ГОСТ 860—75.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 0,1%-ный раствор в этиловом спирте.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

#### 3.1. Приготовление стандартных растворов олова

Раствор А: 0,1 г олова растворяют в 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и выпаривают до выделения паров серного ангидрида. После охлаждения разбавляют раствором серной кислоты (1:10), переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки раствором серной кислоты (1:9) и перемешивают.

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>, доводят до метки раствором серной кислоты (1:10) и перемешивают; готовят перед применением.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг олова.

#### 3.2. Приготовление 0,03%-ного спиртового раствора фенилфлуорона:

0,03 г фенилфлуорона растворяют в 100 см<sup>3</sup> этилового спирта с добавлением 1 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1) при нагревании на водяной бане до получения прозрачного раствора.

3.3. Для построения градуировочного графика в пять из шести стаканов вместимостью 50 см<sup>3</sup> отмеривают: 0,5; 1; 3; 4 и 6 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 5, 10, 30, 40 и 60 мкг олова.

Выпаривают до выделения паров серного ангидрида. В шестой стакан раствор Б не добавляют. После охлаждения во все стака-

ны добавляют 5 см<sup>3</sup> 5%-ного раствора винной кислоты, переносят в мерные колбы вместимостью 25 см<sup>3</sup> и обмывают стаканы раствором серной кислоты (1:49). Раствор нейтрализуют аммиаком по индикаторной бумаге конго красный или по раствору фенолфталеина до щелочной реакции, затем добавляют 1,6 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1) и 2—3 капли бромной воды до получения слабо-желтой окраски. Спустя 5 мин добавляют по каплям раствор фенола до полного обесцвечивания раствора, 2,5 см<sup>3</sup> раствора желатина и 5 см<sup>3</sup> раствора фенилфлуорона. После добавления каждого реактива раствор перемешивают. Доливают водой до метки и снова перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 510—530 нм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора олова.

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

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Массу навески сплава выбирают в зависимости от ожидаемой массовой доли олова в соответствии с табл. 1. Навеску сплава растворяют при нагревании в растворе азотной кислоты (1:1) с добавлением 50%-ного раствора винной кислоты, количество которых также указано в табл. 1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. Отбирают в стакан аликвотную часть раствора в зависимости от массовой доли олова, как указано в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Масса навески пробн, г	Объем раствора азотной кислоты (1:1) для растворения, см <sup>3</sup>	Объем 5%-ного раствора винной кислоты для растворения, см <sup>3</sup>	Объем аликвотной части анализируемого раствора, см <sup>3</sup>
От 0,001 до 0,005	2,0	60	5	100
Св. 0,005 » 0,01	1,0	30	2,5	50
» 0,01 » 0,1	0,25	15	1,5	50
» 0,1 » 0,6	0,2	15	1,5	10

К отобранному раствору прибавляют 5—6 капель раствора перекиси водорода, выпаривают сначала на песчаной бане до объема около 5 см<sup>3</sup>, затем на водяной бане до влажных солей.

Остаток растворяют в 10 см<sup>3</sup> 0,5 М раствора азотной кислоты. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>. стакан промывают водой, промывные воды присоединяют к раствору в делительной воронке и доводят объем раствора водой до 20 см<sup>3</sup>. Приливают 0,5 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия, 3 см<sup>3</sup> раствора купферона и перемешивают. Затем добавляют 5 см<sup>3</sup> хлороформа и встряхивают 1 мин. Экстрагируют три раза, добавляя каждый раз по 3 см<sup>3</sup> раствора купферона и по 5 см<sup>3</sup> хлороформа. Хлороформовые экстракты собирают в отдельную делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup> и промывают три раза 0,2 М раствором азотной кислоты порциями по 5 см<sup>3</sup>. Водный раствор отбрасывают.

Промытый хлороформовый раствор переносят в стакан, удаляют основную массу хлороформа на водяной бане, оставляя объем около 1 см<sup>3</sup>, затем добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и продолжают выпаривание до удаления хлороформа. Охлаждают, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1) и выпаривают на песчаной бане до выделения паров серного ангидрида.

Для удаления органических веществ, содержащихся в растворе, прибавляют 1—2 капли раствора перекиси водорода и снова выпаривают на песчаной бане до выделения паров серного ангидрида. После этого охлаждают, добавляют 0,5 см<sup>3</sup> воды, еще раз выпаривают до объема 0,5 см<sup>3</sup> и охлаждают. Приливают 5 см<sup>3</sup> 5%-ного раствора винной кислоты, нагревают до температуры 50—60°C и после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. При наличии осадка сернокислого свинца раствор фильтруют через небольшой плотный фильтр, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Осадок сернокислого свинца промывают раствором серной кислоты (1:49), стакан обмывают тем же раствором. Раствор нейтрализуют аммиаком по индикаторной бумаге конго красный или по раствору фенолфталеина до щелочной реакции, затем добавляют 1,6 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1) и далее поступают как указано в п. 3.3.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу олова находят по градуировочному графику.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2 \cdot 10000},$$

где  $m_1$  — масса олова в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг;

$V_1$  — объем исходного раствора сплава, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески сплава, г;

$V_2$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности  $P^1=0,95$  не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля сплава, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,003	0,0003
Св. 0,003 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,03	0,002
» 0,03 » 0,1	0,005
» 0,1 » 0,3	0,01
» 0,3 » 0,6	0,02

**Изменение № 1 ГОСТ 1293.10—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения олова**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.11.87 № 4205**

Дата введения 01.07.88

Заменить код: ОКП 17 2532 на ОКСТУ 1709.

*(Продолжение см. с. 70)*

---

*(Продолжение изменений к ГОСТ 1293.10—83)*

Вводная часть. Второй абзац. Заменить значение: 530 нм на «510 нм на спектрофотометре или в области длин волн 510—530 нм на фотоэлектроколориметре».

Пункт 3.3. Второй абзац. Заменить значения: 510—530 нм на «510 нм на спектрофотометре или в области длин волн 510—530 нм на фотоэлектроколориметре».

Пункт 4. Таблица 1. Головка. Заменить значение: «5%-ного» на «50%-ного».

(ИУС № 2 1988 г.)

**Изменение № 2 ГОСТ 1293.10—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Метод определения олова**

**Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28.05.98)**

**Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2922**

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт

*(Продолжение см. с. 46)*



*(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 1293.10—83)*

*Продолжение*

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: (СТ СЭВ 3500—81).

Вводная часть. Третий абзац исключить.

*(Продолжение см. с. 47)*

Раздел 2. Второй абзац. Заменить слова: «окислов азота» на «оксидов азота»;

четвертый абзац. Заменить слова: «5 и 50%-ные растворы» на «растворы 50 и 500 г/дм<sup>3</sup>»;

восьмой абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 6417—72, 1%-ный раствор» на «раствор 10 г/дм<sup>3</sup>»;

девятый абзац. Заменить слово: «перекись» на «пероксид»;

десятый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 5857—79, 0,1%-ный свежеприготовленный раствор» на «раствор 1 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный»;

двенадцатый абзац. Заменить слова: «0,5%-ный раствор» на «раствор 5 г/дм<sup>3</sup>»;

последний абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 5850—72, 0,1%-ный раствор» на «раствор 1 г/дм<sup>3</sup>»;

заменить ссылки: ГОСТ 11293—78 на ГОСТ 11293—89, ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить значение и слова: 0,1 г на 0,1000 г, «серного ангидрида» на «серной кислоты».

Пункт 3.2. Наименование. Заменить слова: «0,03%-ного спиртового раствора фенилфлуорона» на «спиртового раствора фенилфлуорона 0,3 г/дм<sup>3</sup>».

Пункт 3.3. Второй абзац. Заменить слова: «серного ангидрида» на «серной кислоты»; «5%-ного раствора винной кислоты» на «раствора винной кислоты 50 г/дм<sup>3</sup>».

Раздел 4. Первый абзац. Заменить слова: «50%-ного раствора винной кислоты» на «раствора винной кислоты 500 г/дм<sup>3</sup>»;

таблица 1. Головка. Заменить слова: «5%-ного раствора винной кислоты» на «раствора винной кислоты 500 г/дм<sup>3</sup>»;

графа «Масса навески пробы, г». Заменить значения: 2,0 на 2,0000; 1,0 на 1,0000; 0,25 на 0,2500; 0,2 на 0,2000;

второй абзац. Заменить слова: «перекиси водорода» на «пероксида водорода»;

четвертый абзац. Заменить слова: «серного ангидрида» на «серной кислоты»;

пятый абзац. Заменить слова: «перекиси водорода» на «пероксида водорода», «серного ангидрида» на «серной кислоты», «5%-ного раствора винной кислоты» на «раствора винной кислоты 50 г/дм<sup>3</sup>».

Пункт 5.2 изложить в новой редакции:

«5.2. Расхождение результатов параллельных определений  $d$  (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа  $D$  (разность большего и меньшего ре-

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 1293.10—83)

зультатов анализа) при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Массовая доля олова, %	Предельное значение погрешности результатов анализа $\Delta$ , %	Расхождение результатов параллельных определений $d$ , %	Расхождение результатов анализа $D$ , %
От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0002	0,0003	0,0003
Св. 0,0020 » 0,0050 *	0,0004	0,0005	0,0005
» 0,0050 » 0,010 *	0,0009	0,0012	0,0012
» 0,010 » 0,020 *	0,002	0,002	0,002
» 0,020 » 0,050 *	0,003	0,004	0,004
» 0,050 » 0,10 *	0,006	0,008	0,008
» 0,10 » 0,20 *	0,02	0,02	0,02
» 0,20 » 0,60 *	0,02	0,03	0,03

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности  $P = 0,95$ ) не превышает предельных значений  $\Delta$ , приведенных в табл. 2, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные».

(ИУС № 7 2001 г.)