

## БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

Методы определения олова

Tin bronze. Methods for the determination  
of tinГОСТ  
1953.3—79\*

(СТ СЭВ 1528—79)

Взамен

ГОСТ 1953.3—74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 октября 1979 г. № 3899 срок действия установлен

с 01.01.81

до 01.01.91

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический, гравиметрический методы определения олова (от 0,5 до 12 %) и атомно-абсорбционный метод определения олова (от 0,25 до 12 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1528—79.  
(Измененная редакция, Изм. № 1).

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—81 при трех параллельных определениях.  
(Измененная редакция, Изм. № 1).

**2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА****2.1. Сущность метода**

Метод основан на титровании двухвалентного олова раствором йода после отделения его от основы сплава соосаждением с гидроокисью железа (III), растворении гидроокиси в соляной кислоте и восстановлении олова (IV) до олова (II) алюминием, свинцом, фосфорноватистокислым натрием или кальцием.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**  
Воронка с гидравлическим затвором.

**Издание официальное****Перепечатка воспрещена**

\* Переиздание, июнь 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным  
в феврале 1983 г.; Пост. № 896 от 22.02.83 (ИУС 6—83)

Аппарат Киппа.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:5.

Смесь кислот азотной и соляной; готовят следующим образом: один объем азотной кислоты смешивают с одним объемом соляной кислоты.

Аммиак водный, раствор по ГОСТ 3760—79.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>, в который добавлено 20 см<sup>3</sup> аммиака на 1 дм<sup>3</sup> раствора.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор; готовят следующим образом: 12 г хлорного железа растворяют в 30 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Ртуть однохлористая (каломель).

Натрий двухуглекислый по ГОСТ 4201—79, насыщенный раствор.

Мрамор электродный по ГОСТ 4416—73.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74 и раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Кальций фосфорноватистокислый по ГОСТ 11678—75.

Натрий фосфорноватистокислый по ГОСТ 20—76.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74, марки АВ0 (стружка или тонкие пластинки).

Свинец металлический по ГОСТ 3778—77, марки С3 (пластины длиной 8—10 см, шириной 1,5—2,0 см и массой 25—30 г).

Олово металлическое по ГОСТ 860—75, марки О1.

Сурьма по ГОСТ 1089—82, с массовой долей олова менее 0,01 %, и раствор 20 г/дм<sup>3</sup> в серной кислоте, разбавленной 1:5.

Йод кристаллический по ГОСТ 4159—79; 0,5 М. раствор; готовят из фиксанала или 6,36 г кристаллического йода и 12,5 г йодистого калия, взвешивают в фарфоровой чашке, перемешивают с небольшим количеством воды, тщательно растирают пестиком и смесь растворяют в воде. После растворения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой.

Установка титра раствора йода.

0,5 г олова растворяют при нагревании с 20 см<sup>3</sup> концентрированной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:5.

50 см<sup>3</sup> этого раствора переносят в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, 80 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, разбавляют водой до 250 см<sup>3</sup>, добавляют 2 г алюминия, закрывают колбу воронкой с затвором, наполненным насыщенным раствором кислого двухугле-

кислого натрия или пропускают углекислый газ из аппарата Киппа и поступают, как указано в п. 2.3.1.

Для восстановления четырехвалентного олова вместо алюминия можно использовать свинец, фосфорноватистокислый натрий или фосфорноватистокислый кальций (см. пп. 2.3.2, 2.3.3).

Титр раствора йода, выраженный в граммах олова в 1 см<sup>3</sup> раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0,05}{V},$$

где 0,05 — масса олова, содержащаяся в 50 см<sup>3</sup> раствора олова, г;

$V$  — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску бронзы (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> смеси кислот, стакан накрывают часовым стеклом и растворяют навеску при нагревании, затем прибавляют 20 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, разбавляют водой до 250 см<sup>3</sup>, нагревают до 70—80 °С и добавляют аммиак до полного перехода меди в растворимый аммиачный комплекс. Раствор выдерживают при 60 °С в течение 10—15 мин для коагуляции осадка гидроокисей железа и олова.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают осадок и стакан 3—5 раз горячим раствором хлористого аммония. Осадок с фильтра смывают горячей водой в стакан, в котором проводилось осаждение гидроокисей железа и олова, и растворяют в 20 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1. Фильтр промывают 2—3 раза горячей водой, затем 20 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, и еще несколько раз горячей водой.

Из раствора вновь осаждают гидроокиси металлов аммиаком, осадок отфильтровывают и промывают 6—7 раз горячим раствором хлористого аммония. Промытый осадок растворяют на фильтре в 60 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, вводя ее порциями по 20 см<sup>3</sup>. После добавления каждой порции соляной кислоты фильтр промывают горячей водой. Фильтрат собирают в прежний стакан, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора сурьмы.

Раствор переносят в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> прибавляют 60 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и разбавляют водой до 250 см<sup>3</sup>. В раствор прибавляют 2 г алюминия, колбу закрывают воронкой с гидравлическим затвором, наполненной насыщенным раствором кислого углекислого натрия или пропускают углекислый газ из аппарата Киппа. Содержимое колбы нагре-

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Масса пробы, г
От 0,5 до 4	1,0
Св. 4 » 7	0,5
» 7 » 12	0,3

вают до кипения и кипятят до полного растворения алюминия. Необходимо постоянно следить за полнотой наполнения воронки раствором двууглекислого натрия во избежание проникновения воздуха в колбу. Раствор в колбе охлаждают сначала на воздухе, затем в проточной воде до комнатной температуры. Охлажденную колбу освобождают от воронки с затвором. В колбу добавляют кусочек мрамора (около 5 г), 10 см<sup>3</sup> раствора йодистого калия, 5 см<sup>3</sup> раствора крахмала и титруют 0,05 М. раствором йода до появления синей окраски, не исчезающей в течение 1,0—1,5 мин.

### 2.2—2.3.1 (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.2. При восстановлении четырехвалентного олова свинцом к солянокислому раствору олова, находящемуся в конической колбе вместимостью 500 см<sup>3</sup>, прибавляют 30 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и разбавляют водой до 250 см<sup>3</sup>. В колбу опускают свинцовую пластиночку, закрывают колбу обычной воронкой и нагревают до слабого кипения, которое поддерживают в течение 60 мин. Объем раствора в колбе поддерживают постоянным. Перед окончанием восстановления закрывают колбу воронкой с затвором, наполненным кислым углекислым натрием, и кипятят еще 10 мин.

Далее поступают точно так же, как при восстановлении алюминием. Титруют, не вынимая из раствора свинцовую пластиночку.

При повторном применении свинцовых пластин с них необходимо каждый раз механическим способом снимать налет окислов.

2.3.3. При восстановлении четырехвалентного олова фосфорноватистокислым натрием или кальцием к солянокислому раствору, находящемуся в колбе, прибавляют 10 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и воды до 250 см<sup>3</sup>. В раствор прибавляют 1,5 г фосфорноватистокислых натрия или кальция и 0,03 г каломели. Коническую колбу закрывают воронкой с затвором, наполненным кислым углекислым натрием, раствор кипятят до полного обесцвечивания и еще 5 мин после обесцвечивания.

Охлаждают раствор до 8—10 °С. Далее поступают, как при восстановлении алюминием.

### 2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V \cdot T}{m} \cdot 100 ,$$

где  $V$  — объем раствора йода, затраченный на титрование, см<sup>3</sup>;

$T$  — титр раствора йода по олову, г/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы, г.

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

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Абсолютные допускаемые расходления, %
От 0,25 до 0,50	0,03
Св. 0,50 > 1,0	0,08
» 1,0 > 3,0	0,15
» 3,0 > 6,0	0,20
» 6,0 > 12,0	0,30

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на выделении метаоловянной кислоты из азотнокислого раствора и прокаливании осадка до постоянной массы.

#### 3.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1 и 1:99.  
Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.  
Аммоний йодистый по ГОСТ 3764—75.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207—75, раствор 300 г/дм<sup>3</sup>.

#### 3.3. Проведение анализа

Навеску бронзы массой 1 г (при массовой доле олова до 4 %), 0,5 г (при массовой доле олова от 4 до 7 %) и 0,3 г (при массовой доле олова от 7 до 12 %) помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, добавляют 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. После растворения часовое стекло и стенки стакана ополаскивают водой и упаривают раствор до объема 5—10 см<sup>3</sup>. К остатку добавляют 50 см<sup>3</sup> горячей воды, 10 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого аммония и выдерживают в теплом месте 1 ч.

Осадок метаоловянной кислоты отфильтровывают на плотный фильтр с фильтробумажной массой и промывают фильтр с осадком горячей азотной кислотой, разбавленной 1:99, до полного удаления меди (проба с железистосинеродистым калием).

Фильтр с осадком помещают во взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озолят и прокаливают при 700—800 °C до постоянной массы. После этого в тигель с прокаленным остатком вносят 0,5—1 г йодистого аммония, помещают тигель в холодный муфель, постепенно повышая температуру до 700—800 °C. Затем тигель вынимают из муфеля, охлаждают до комнатной температуры, вносят в него 0,5 г йодистого аммония и снова помещают в

холодный муфель, постепенно повышая температуру до 700—800 °С, и при этой температуре прокаливают до постоянной массы.

### 3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0,7862 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса тигля с осадком  $\text{SnO}_2$  до обработки йодистым аммонием, г;

$m_2$  — масса тигля после обработки осадка йодистым аммонием, г;

$m$  — масса пробы, г;

0,7862 — коэффициент пересчета  $\text{SnO}_2$  на олово.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

### 4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами олова, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух или ацетилен-закись азота.

### 4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для олова.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и 2M и 1M растворы.

Смесь кислот для растворения готовят следующим образом: объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

Олово по ГОСТ 860—75 с массовой долей олова не менее 99,9 %.

Стандартные растворы олова.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г олова растворяют на водяной бане в 10 см<sup>3</sup> смеси кислот, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки 2M раствором соляной кислоты.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,005 г олова.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки 2M раствором соляной кислоты.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0005 г олова.

#### 4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску бронзы массой 1 г при массовой доле олова от 0,25 до 2 % или 0,5 г при массовой доле олова от 2 до 12 % помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> смеси кислот для растворения. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, ополаскивают стеклянку стакана 1М раствором соляной кислоты и доливают до метки той же кислотой.

Измеряют атомную абсорбцию олова в пламени ацетилен-воздух или ацетилен-закись азота при длине волны 224,6 или 286,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

#### 4.3.2. Построение градуировочного графика

В десять из одиннадцати мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 4,0; 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б и 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 14,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А олова. Все колбы доливают до метки 2М раствором соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию олова, как указано в п. 4.3.1.

По полученным данным строят градуировочный график.

#### 4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю олова (Х) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100 ,$$

где С — концентрация олова, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

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

m — масса навески, г.

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

Разд. 4. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 1953.3—79 Бронзы оловянные. Методы определения олова  
Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета  
СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.08.90 № 2414

Дата введения 01.03.91

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицу: М на моль/дм<sup>3</sup>.

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слово: «титриметрический» на «титриметрические»; дополнить словами: «в оловянных бронзах по ГОСТ 5017—74, ГОСТ 613—79 и ГОСТ 614—73».

Пункт 1.1. Заменить слова: «по ГОСТ 25086—81 при трех параллельных определениях» на «по ГОСТ 25086—87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1—79».

Пункт 2.2. Заменить значение и слово: 0,5 М на 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, «титр» на «массовая концентрация» (2 раза).

Пункт 2.4.1. Заменить слово: «титр» на «массовая концентрация».

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений ( $d$  — показатель сходимости при  $n=3$ ), указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	$d$ , %	$D$ , %
От 0,25 до 0,50 включ.	0,03	0,04
Св. 0,50 до 1,0 »	0,08	0,1
» 1,0 » 3,0 »	0,15	0,2
» 3,0 » 6,0 »	0,2	0,3
» 6,0 » 12,0 »	0,3	0,4

Раздел 2 дополнить пунктами — 2.4.3—2.4.5: «2.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

(Продолжение см. с. 56)

2.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315—78, в соответствии с ГОСТ 25086—87.

2.4.5. Титриметрический метод применяется в случае разногласий в оценке качества оловянных бронз».

Пункт 3.3. Третий абзац изложить в новой редакции: «Фильтр с осадком помещают во взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озолят и прокаливают при 700—800 °С до постоянной массы. Чистая двуокись олова после охлаждения имеет белый цвет. Голубой ее оттенок указывает на загрязнение, чаще всего сурьмой или свинцом, железом или другими элементами. Поправку на присутствие некоторых загрязнений в прокаленном осадке двуокиси олова проводят следующим образом. В тигель добавляют 1—1,5 г йодистого аммония, прокаливают при температуре 425—475 °С, охлаждают, обрабатывают остаток азотной кислотой, выпаривают досуха, осторожно прокаливают и снова взвешивают».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений ( $d$  — показатель сходимости при  $n=3$ ), указанных в табл. 2».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.4.3, 3.4.4: «3.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, указанных в табл. 2».

3.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Пункт 4.4.2 изложить в новой редакции: «4.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений ( $d$  — показатель сходимости при  $n=3$ ), указанных в табл. 2».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.4.3, 4.4.4: «4.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, указанных в табл. 2».

4.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз или сопоставлением результатов, полученных титриметрическими методами, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Стандарт дополнить разделом — 5:

(Продолжение см. с. 57)

**«5. Титриметрический комплексонометрический метод  
(при массовой доле олова от 2 до 12 %)**

**5.1. Сущность метода**

Метод основан на связывании содержащихся в бронзе олова, свинца, цинка, никеля в комплексы трилоном Б, титровании избытка трилона Б раствором азотнокислого свинца, разложении комплексоната олова фторидом аммония и последующем определении олова титрованием трилона Б, выделившегося при этом в количестве, эквивалентном содержанию олова, раствором азотнокислого свинца. В качестве индикатора используется — ксиленоловый оранжевый. Влияние меди устраняется тиосульфатом натрия.

**5.2. Реактивы и растворы**

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

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

Смесь кислот для растворения, свежеприготовленная: смешивают три объема азотной кислоты (1:1) с 5 объемами соляной кислоты (1:1).

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор 500 г/600 дм<sup>3</sup> воды.

Уротропин (гексаметилентетрамин), раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Ацетатно-уротропиновый раствор — смесь растворов аммония уксуснокислого и уротропина в соотношении 1,5:2.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат), раствор 300 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Ксиленоловый оранжевый, раствор (свежеприготовленный) 2 г/дм<sup>3</sup> или смесь с натрий хлористым (хорошо растерта) в соотношении 1:100.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N'-тетрауксусной, кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,025 моль/дм<sup>3</sup>, готовят из фиксанала или 9,305 г соли растворяют в 300 см<sup>3</sup> теплой воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236—77, раствор 0,025 моль/дм<sup>3</sup>. 8,2805 г свинца азотнокислого растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды, добавляют 30 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Массовую концентрацию раствора азотнокислого свинца устанавливают по стандартному образцу бронзы, близкому по составу и массовой доле олова к анализируемой бронзе, проведенному через весь ход анализа, как указано в п. 5.3.

Массовую концентрацию азотнокислого свинца (*T*), выраженную в граммах олова, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot m_1}{V} ,$$

(Продолжение изменения к ГОСТ 1953.3—79)

где  $m$  — масса навески стандартного образца, г;

$m_1$  — массовая доля олова в стандартном образце, %;

$V$  — объем раствора азотнокислого свинца, израсходованного на второе титрование, см<sup>3</sup>.

### 5.3. Проведение анализа

Навеску бронзы массой 0,20—0,25 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 8 см<sup>3</sup> смеси кислот, накрывают колбу часовым стеклом (можно воронкой) и растворяют при нагревании, не допуская кипения. После растворения бронзы стекло ополаскивают водой, добавляют 20—25 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 50—60 см<sup>3</sup> воды и нагревают раствор до начала кипения. К охлажденному раствору добавляют 8—9 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого натрия (окраска раствора должна оставаться светло-голубой), 15 см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия (раствор должен стать бесцветным). Если раствор окрашен (имеет голубой цвет), добавляют при перемешивании строго по каплям соляную кислоту (1:1) до полного обесцвечивания раствора. Затем добавляют 35—40 см<sup>3</sup> ацетатно-уротропинового раствора, 0,3 г (на кончике шпателя) смесь ксиленолового оранжевого с хлористым натрием и медленно особенно к концу титруют раствором азотнокислого свинца до перехода светло-желтой окраски в устойчиво оранжево-красную. Тотчас добавляют 18 см<sup>3</sup> раствора аммония фтористого, хорошо перемешивают и спустя 30 с снова медленно особенно к концу титруют раствором свинца азотно-кислого до перехода светло-желтой окраски в устойчиво оранжево-красную. Окраска должна быть устойчивой в течение одной минуты.

### 5.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m} ,$$

где  $V$  — объем раствора свинца азотнокислого, израсходованного на второе титрование, см<sup>3</sup>;

$T$  — массовая концентрация раствора свинца азотнокислого, выраженная в граммах олова, г/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески бронзы, г.

5.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений ( $d$  — показатель сходимости при  $n=3$ ), указанных в табл. 2.

5.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

5.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315—78, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

(ИУС № 11 1990 г.)