

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

Метод определения сурьмы

Metallic chrome.
Method for determination of antimony

**ГОСТ
13020.13—85**

[СТ СЭВ 4510—84]

Взамен
ГОСТ 13020.13—75

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1413 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы в металлическом хроме (при массовой доле сурьмы от 0,0002 до 0,01 %).

Метод основан на экстракции окрашенного в зеленый цвет комплексного соединения гексахлорантимоната с бриллиантовым зеленым. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 640 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания 590—670 нм.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4510—84.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде сурьжки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр

Кислота серная по ГОСТ 14262—78 или по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:4.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77 или по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Бриллиантовый зеленый, 0,5 %-ный водно-спиртовой раствор: 0,5 г реактива растворяют в 100 см³ водно-спиртовой смеси в соотношении 3:1.

Мочевина по ГОСТ 6691—71, насыщенный раствор: 100 г мочевины растворяют в 100 см³ горячей воды и охлаждают.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, 10 %-ный раствор. Толуол по ГОСТ 5789—78.

Олово двуххлористое по ГОСТ 36—78, 20 %-ный раствор в соляной кислоте, разбавленной 1:1.

Сурьма металлическая.

Стандартные растворы сурьмы:

раствор А: 0,0500 г металлической сурьмы растворяют, нагревая, в 25 см³ серной кислоты и охлаждают. Приливают 125 см³ разбавленной серной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация сурьмы в растворе А равна 0,0001 г/см³;

раствор Б: 50 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают 20 см³ серной кислоты, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор готовят перед применением.

Массовая концентрация сурьмы в растворе Б равна 0,00001 г/см³;

раствор В: 20 см³ стандартного раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

Массовая концентрация сурьмы в растворе В равна 0,000002 г/см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой, определенной в зависимости от массовой доли сурьмы по табл. 1, помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ разбавленной серной кислоты, растворяют, слабо нагревая, и выпаривают раствор до начала выделения паров серной кислоты, затем охлаждают.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Масса навески пробы, г
От 0,0002 до 0,002 включ.	1,0
Св. 0,002 > 0,005 >	0,5
> 0,005 > 0,01 >	0,25