

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СУРЬМА

Методы определения железа

Antimony.
Methods for the determination of iron

ОКСТУ 1709

ГОСТ
1367.2—83Взамен
ГОСТ 1367.2—76

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 декабря 1983 г. № 6012 дата введения установлена **01.01.85**

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения железа от 0,008 до 0,15 % в сурьме марок Су00, Су0, Су1 и Су2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 1367.0—83.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании оранжево-красного комплексного соединения *o*-фенантролина с ионами двухвалентного железа при pH 2—9 и фотометрировании полученного комплекса при длине волны 510 нм.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотозлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Мензурки по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50, 100 и 250 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100 см³ и 1 дм³.

Колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100 см³.

Пипетки с делениями по НТД вместимостью 1, 2 и 10 см³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой долей 25 %.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Гидроксилламин гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой долей 10 %, свежеприготовленный.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор с массовой долей 50 % *O*-фенантролин солянокислый, раствор с массовой долей 0,5 %, свежеприготовленный.

Железо металлическое, восстановленное водородом, по ГОСТ 9849—86.

Раствор железа, стандартный: навеску железа, восстановленного водородом, массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты и растворяют при нагревании с добавлением перекиси водорода. После растворения приливают 20—30 см³ воды, кипятят, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг железа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Издание с Изменением № 1, утвержденным в марте 1989 г. (ИУС 6—89).

С. 2 ГОСТ 1367.2—83

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску сурьмы массой 0,5 г марок Су00, Су0 или массой 0,1 г марок Су1, Су2 помещают в стакан или в широкогорлую коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты и растворяют при нагревании и помешивании с добавлением по каплям перекиси водорода. После растворения навески содержимое колб упаривают до 1—2 см³, приливают 5 см³ винной кислоты, 10 см³ воды, накрывают часовым стеклом и кипятят в течение 1 мин. Затем добавляют 10 см³ гидрохлорида гидроксилamina, нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия до рН 3—3,5 (при этом расходуется примерно 7—8 см³ раствора уксуснокислого натрия). Приливают 2 см³ избытка уксуснокислого натрия, 10—20 см³ воды, 10 см³ *o*-фенантролина и переливают раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливая водой до метки. После добавления каждого реактива раствор перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 510 нм, в кювете длиной 20 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Массу железа в растворе пробы устанавливают по градуировочному графику.

2.2.2. Построение градуировочного графика

В восемь из девяти мерных колб вместимостью 100 см³ приливают 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12; 0,14; 0,16 мг железа. Девятая колба служит для проведения контрольного опыта. Стенки колб ополаскивают приблизительно 10 см³ воды, приливают 5 см³ винной кислоты, 10 см³ гидрохлорида гидроксилamina и далее поступают как указано в п. 2.2.1.

По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им массовым долям железа строят градуировочный график.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю железа (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса железа в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, мг;
 m_2 — масса навески сурьмы, г.

2.3.2. Разность двух результатов параллельных определений и разность двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать абсолютного допускаемого расхождения сходимости и воспроизводимости, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,008 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,020 »	0,003	0,004
» 0,020 » 0,040 »	0,005	0,006
» 0,040 » 0,100 »	0,010	0,012
» 0,10 » 0,15 »	0,02	0,03

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.3. Метод применяется при разногласиях в оценке качества сурьмы.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Метод основан на измерении атомного поглощения железа при введении растворов проб и растворов сравнения в пламя пропан—бутан—воздух или ацетилен—воздух.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный Перкин-Элмер 503 или другой аналогичный атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Газ пропан-бутан — по ГОСТ 20448—90.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 50 и 100 см³.

Колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 25, 50 см³ и 1 дм³.

Пипетки с делениями по НТД вместимостью 1, 2 и 5 см³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.