

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЦИНК

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

ГОСТ 19251.6—79

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЦИНК
Методы определения сурьмы

ГОСТ
19251.6—79

Zinc.
 Methods of antimony determination

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и полярографический методы определения сурьмы при ее массовой доле от 0,0005 до 0,025 %.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 19251.0.
 (Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С КРИСТАЛЛИЧЕСКИМ ФИОЛЕТОВЫМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении навески в азотной кислоте, отделении сурьмы от других элементов на диоксиде марганца и фотометрическом ее определении с кристаллическим фиолетовым после экстракции трихлорэтиленом при длине волны 595 нм.

Чувствительность метода — 5 мкг сурьмы в объеме 25 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 2, 1 : 200 и раствор 5 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 7 : 3 и 1 : 3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 4, и растворы 2,5 и 0,25 моль/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/дм³.

Марганец азотнокислый, раствор 20 г/дм³.

Церий (IV) сернокислый, раствор 4 г/дм³ в растворе серной кислоты 0,25 моль/дм³.

Гидроксиламина дигидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 10 г/дм³.

Кристаллический фиолетовый, раствор 2 г/дм³.

Трихлорэтилен.

Сурьма марки Су00 по ГОСТ 1089.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А: навеску тонко измельченной сурьмы массой 0,1000 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 150 см³ серной кислоты, нагревают до полного растворения навески, охлаждают, осторожно приливают 200 см³ раствора соляной кислоты 1 : 3, охлаждают, количественно переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Издание официальное

★

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1979

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Переиздание с Изменениями

1 см³ раствора А содержит 0,1 г сурьмы.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отмеривают пипеткой 10 см³ раствора А, доливают до метки раствором серной кислоты 2,5 моль/дм³ и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг сурьмы.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску цинка массой 0,5000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 2, и растворяют при нагревании. После удаления оксидов азота раствор разбавляют до 50 см³ водой, нейтрализуют аммиаком до образования исчезающего при перемешивании осадка, добавляют 20 см³ раствора азотной кислоты 5 моль/дм³, доливают водой до 100 см³. Добавляют 5 см³ раствора азотнокислого марганца, нагревают до кипения, приливают 5 см³ раствора марганцовокислого калия и кипятят 2—3 мин. Через 30 мин осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 4—5 раз горячим раствором азотной кислоты 1 : 200. Осадок с развернутого фильтра смывают водой в ту же колбу, в которой проводилось осаждение.

Фильтр смывают 10 см³ горячей серной кислоты, разбавленной 1 : 4, в которую добавлено 5—6 капель пероксида водорода, и затем несколько раз горячей водой. Полученный раствор переливают в стакан вместимостью 100 см³, выпаривают до появления паров серной кислоты, охлаждают, споласкивают стенки стакана 3—4 см³ воды и выпаривают до влажного остатка.

К охлажденному остатку добавляют соответствующее количество соляной кислоты (табл. 1) и оставляют до растворения осадка. При массовой доле сурьмы до 0,005 % переливают раствор в делительную воронку вместимостью 150 см³, добавляют 3 см³ воды, а при более высоком содержании сурьмы раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают водой до метки, перемешивают и отбирают 5 или 10 см³ раствора в делительную воронку вместимостью 150 см³. При аликвотной части 5 см³ в делительную воронку добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты 7 : 3.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Объем соляной кислоты, см ³	Объем раствора после разбавления, см ³	Объем раствора, отобранного для анализа, см ³
От 0,0005 до 0,005	7	10	Весь
Св. 0,005 » 0,01	17,5	25	10
» 0,01 » 0,025	17,5	25	5

Ко всему раствору или его аликвотной части, находящейся в делительной воронке, добавляют 0,5 см³ раствора сернокислого церия, перемешивают, через 1 мин приливают 1 см³ раствора гидросиламина дигидрохлорида и снова перемешивают. Через 1 мин приливают 19 см³ воды, 10 см³ трихлорэтилена, 1 см³ раствора кристаллического фиолетового и экстрагируют в течение 1 мин. После разделения фаз органический слой переводят в сухую мерную колбу вместимостью 25 см³, а водный слой еще раз экстрагируют 10 см³ трихлорэтилена. Объединенные органические фазы разбавляют в мерной колбе до метки трихлорэтиленом и перемешивают.

Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют в соответствующей кювете при длине волны 595 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Содержание сурьмы устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести делительных воронок вместимостью 150 см³ соответственно отмеривают микробюреткой 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см³ стандартного раствора Б (что соответствует 5, 10, 15, 20 и 25 мкг сурьмы), приливают в каждую из делительных воронок 7,5 см³ соляной кислоты и, при необходимости, доливают водой до объема 10 см³. Приливают по 0,5 см³ раствора сернокислого церия и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им содержанием сурьмы строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю сурьмы (X), %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{10000 - m_1} \cdot 100$$

где m — масса сурьмы в растворе, найденная по градуировочному графику, мкг; m_1 — масса навески, содержащаяся в отобранной части раствора, г.2.4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля сурьмы, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,0005 до 0,0030 включ.	0,0003	0,0004
Св. 0,0030 * 0,010 *	0,0010	0,0015
* 0,010 * 0,025	0,003	0,004

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С РОДАМИНОМ Б

Метод основан на экстракции ионов сурьмы (V) диизопропиловым эфиром из солянокислого раствора пробы, вымывании мешающих ионов таллия (III) раствором сернистокислого натрия, образовании окрашенного комплекса родамина Б с гексахлорантимонатом (V) и измерении его светопоглощения при длине волны 550 нм.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 12 и 1 моль/дм³.Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1 и раствор 0,25 моль/дм³.Натрий сернистокислый по ГОСТ 195, раствор 0,5 г/дм³.

Эфир диизопропиловый.

Родамин Б, раствор 1 г/дм³: 0,5 г 3,6-бис-диэтиламино-флуорона (родамина Б) помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в растворе соляной кислоты 1 моль/дм³, доводят до метки раствором соляной кислоты 1 моль/дм³ и перемешивают.

Церий (IV) сернистокислый, раствор 4 г/дм³ в растворе серной кислоты 0,25 моль/дм³: к 8,3 г сернистокислого церия (IV) приливают 8 см³ серной кислоты и нагревают до выделения паров серной кислоты. Охлаждают. Осторожно разбавляют водой до 100 см³ и снова охлаждают. Сернистокислый раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Сурьма марки Су00 по ГОСТ 1089.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А: 0,1000 г мелкоизмельченной сурьмы помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 20 см³ серной кислоты при температуре кипения, охлаждают и разбавляют раствором серной кислоты 1 : 1 до 50 см³. Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки раствором серной кислоты 1 : 1, перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг сурьмы.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором серной кислоты 1 : 1 и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг сурьмы.

Раствор В: 10 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором серной кислоты 1 : 1 и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,001 мг сурьмы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).