

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

ФЕРРОМОЛИБДЕН**Метод определения сурьмы**

Ferromolybdenum. Method for determination
of antimony

ГОСТ
13151.10—82

[СТ СЭВ 2871—81]

Взамен
ГОСТ 13151.10—77

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 мая 1982 г. № 2119 срок действия установлен

с 01.01. 1983 г.
до 01.01. 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения сурьмы в ферромolibдене (при массовой доле сурьмы от 0,005 до 0,050%).

Метод основан на взаимодействии аниона гексахлорантимоната с бриллиантовым зеленым в среде раствора серной и соляной кислот с образованием соединения изумрудного цвета, экстрагируемого толуолом.

Оптическую плотность толуольного экстракта измеряют на спектрофотометре при длине волны 640 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 590 до 670 нм.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2871—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 8.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

Переиздание. Август 1984 г.

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

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

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962—67.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Олово двуххлористое по ГОСТ 36—78, 10%-ный раствор: 10 г соли растворяют в 100 см³ соляной кислоты (1 : 1).

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, 10%-ный свежеприготовленный раствор.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, насыщенный раствор: 50 г мочевины растворяют в 50 см³ горячей воды и охлаждают до комнатной температуры.

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

Сурьма металлическая по ГОСТ 1089—82.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А: 0,1 г сурьмы растворяют в 50 см³ серной кислоты. После растворения навески приливают еще 50 см³ серной кислоты, раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, в которую предварительно налито 600 см³ воды, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают серной кислотой (1 : 8) до метки.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску ферромолибдена массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ азотной кислоты (1 : 1), стакан накрывают часовым стеклом и растворяют навеску при умеренном нагревании. После растворения навески со стакана снимают часовое стекло, которое предварительно обмывают небольшим количеством воды, приливают 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до появления паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. Соли растворяют в 80 см³ соляной кислоты (1 : 1), количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки соляной кислотой (1 : 1).

В зависимости от содержания сурьмы отбирают аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 1.

Аликвотную часть раствора переносят в делительную воронку вместимостью 150 см³. Объем раствора доводят до 20 см³ соляной кислотой (1 : 1), приливают 10 см³ серной кислоты (1 : 1), охлаж-

дают. Приливают 1 см³ раствора двухлористого олова, 2 см³ раствора азотистокислого натрия, перемешивают в течение 5 мин. Добавляют 1 см³ раствора мочевины, 70 см³ воды, 1 см³ раствора бриллиантового зеленого, встряхивают 2—3 раза, добавляют 20 см³ толуола и встряхивают еще в течение 1 мин.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Объем аликвотной части раствора, см ³
От 0,005 до 0,01	20
Св. 0,01 » 0,03	10
» 0,03 » 0,05	5

Толуольному и водному слоям дают расслоиться, водный слой сливают, а толуольный отфильтровывают в кювету и измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 640 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания 590—670 нм. В качестве раствора сравнения используют толуол. Содержание сурьмы находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

3.2. Для построения градуировочного графика в пять стаканов из шести вместимостью по 250 см³ последовательно помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000001; 0,000002; 0,000004; 0,000006; 0,000008 г сурьмы. В каждый из шести стаканов приливают по 20 см³ азотной кислоты (1 : 1), по 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до появления паров серной кислоты. Содержимое стаканов охлаждают, обмывают стенки водой и вновь выпаривают до появления паров серной кислоты. Соли растворяют 10 см³ соляной кислоты (1 : 1), раствор переливают в делительную воронку вместимостью 150 см³, объем доводят до 20 см³ соляной кислотой (1 : 1) и далее анализ проводят как указано в п. 3.1.

Раствор шестого стакана, содержащий все применяемые при построении градуировочного графика реактивы, кроме стандартного раствора, служит для проведения контрольного опыта. Градуировочный график строят по найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям сурьмы.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю сурьмы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса сурьмы, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

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

Таблица 2

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,008	0,003
Св 0,008 » 0,020	0,005
» 0,020 » 0,050	0,008