М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СУРЬМА

Методы определения железа

Antimony.
Methods for the determination of iron

ОКСТУ 1709

ГОСТ 1367.2—83
Взамен 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 *о*-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 фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Мензурки по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50, 100 и 250 см^3.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100 см^3 и 1 дм^3.

Колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100 см^3.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100 см^3.

Пипетки с делениями по НТД вместимостью 1, 2 и 10 см^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

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

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

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

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор с массовой долей 50 % *О*-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 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты и растворяют при нагревании с добавлением перекиси водорода. После растворения приливают 20—30 см^3 воды, кипятят, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 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).

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 гидроксиламина, нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия до pH 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 *о*-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 гидроксиламина 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.

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

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 30 %.

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.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску сурьмы массой 0,25 г марок Су00, Су0 или массой 0,1 г марок Су1, Су2 помещают в стакан вместимостью 50—100 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты, по каплям, перемешивая, добавляют перекись водорода. После растворения навески приливают 5 см³ винной кислоты, 5—10 см³ воды и нагревают до кипения. Раствор кипятят, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Полученный раствор сурьмы распыляют в пламя и измеряют абсорбцию при длине волны 248,3 нм.

Одновременно проводят два контрольных опыта со всеми применяемыми реактивами. Усредненное значение величины абсорбции раствора контрольного опыта вычитают из величины абсорбции раствора пробы.

Массу железа в растворе анализируемой пробы определяют по градуировочному графику.

3.2.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 25 см³ приливают последовательно 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,5 см³ стандартного раствора железа, что соответствует 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,15 мг железа. Седьмая колба служит для проведения контрольного опыта. Во все колбы приливают 5 см³ соляной кислоты, 5 см³ винной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Концентрация железа в растворах сравнения соответственно равна 0,8; 1,6; 2,4; 3,2; 4,0; 6,0 мг/дм³.

Растворы сравнения распыляют в пламя в порядке возрастания содержания железа. Измерение аналитического сигнала A для каждого раствора сравнения и раствора пробы проводят по три раза и вычисляют соответствующие средние арифметические значения $\overline{A} = \frac{1}{3}(A_1 + A_2 + A_3)$ для каждого раствора. По средним значениям $\overline{A}$ для растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрацию железа, а по оси ординат — абсорбцию.

3.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{c \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где c — концентрация железа в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику и по среднему значению $\overline{A}$, полученному для раствора пробы, мг/дм³;

V — объем раствора анализируемой пробы, см³;

m — масса навески сурьмы, г.

3.3.2. 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. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,008 до 0,010 включ.	0,003	0,004
Св. 0,010 » 0,020 »	0,004	0,006
» 0,020 » 0,040 »	0,006	0,007
» 0,04 » 0,10 »	0,01	0,02
» 0,10 » 0,15 »	0,02	0,03

(Измененная редакция, Изм. № 1).