

КОБАЛЬТ
Метод определения сурьмы

COBALT
Method for the determination of antimony

ГОСТ
741.16—80

Взамен
ГОСТ 741.16—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 января 1980 г. № 48 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения сурьмы (при массовой доле сурьмы от 0,0001 до 0,002 %).

Метод основан на экстракции толуолом окрашенного комплексного соединения сурьмы с кристаллическим фиолетовым и измерении оптической плотности экстракта.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 741.0—80.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектролориметр или спектрофотометр.

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

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:3.

Олово двуххлористое по ГОСТ 36—78, 10%-ный свежеприготовленный раствор в соляной кислоте 1:1.

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

Мочевина по ГОСТ 6691—77, насыщенный свежеприготовленный раствор.

Кристаллический фиолетовый, 0,2%-ный раствор.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Сурьма по ГОСТ 1089—73.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А: 0,1 г измельченной в порошок сурьмы растворяют при нагревании в 20 мл серной кислоты. Раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 л и доливают объем раствора до метки колбы серной кислотой, разбавленной 1:3.

1 мл раствора А содержит 0,1 мг сурьмы.

Раствор Б: 10 мл раствора А разбавляют соляной кислотой, разбавленной 1:1, до 100 мл в мерной колбе.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг сурьмы.

Раствор В: 10 мл раствора Б разбавляют соляной кислотой, разбавленной 1:1, до 100 мл в мерной колбе.

1 мл раствора В содержит 0,001 мг сурьмы. Раствор готовят в день применения.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску кобальта массой 1 г растворяют при нагревании в 20—25 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают раствор до 5—7 мл, после чего приливают 7—10 мл серной кислоты, разбавленной 1:1, и осторожно нагревают раствор до выделения паров серного ангидрида, а затем до удаления свободной серной кислоты. Охлаждают, растворяют соли в 25 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, при слабом нагревании, снова охлаждают раствор, прибавляют 2—3 капли раствора двуххлористого олова, выдерживают 1 мин, приливают 2 мл азотистокислого натрия и еще выдерживают 5 мин, после чего приливают 25 мл воды, 2 мл раствора мочевины, взбалтывают раствор до прекращения выделения пузырьков азота и переносят его в делительную воронку вместимостью 250 мл. Затем доливают водой до 130 мл, быстро прибавляют 1 мл раствора кристаллического фиолетового и 10 мл толуола, встряхивают воронку 30 с, органический слой сливают в сухой стакан, а водную фазу переносят в другую делительную воронку вместимостью 250 мл и повторяют экстракцию с новой порцией толуола.

Органические фазы объединяют, переводят в мерную колбу вместимостью 25 мл и доливают до метки толуолом. Оптическую плотность экстракта измеряют через 10—15 мин на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (область светопропускания 610 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм). В качестве раствора сравнения используют толуол. Одновременно проводят контрольный опыт. Величину оптической плотности контрольного опытачитывают из величины оптической плотности анализируемого раствора. Содержание сурьмы находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью 200 мл отбирают последовательно 1; 3; 5; 7; 10; 20 мл стандартного раствора В, что соответствует 0,001; 0,003; 0,005; 0,007; 0,01; 0,02 мг сурьмы. В каждый стакан доливают столько соляной кислоты, разбавленной 1:1, чтобы суммарный объем раствора был равен 25 мл. Далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

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 кобальта, г.

4.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля сурьмы, %	Допускаемые расхождения, отн. %
От 0,0001 до 0,0005	15
Св. 0,0005 . 0,002	10

Изменение № 1 ГОСТ 741.16—80 Кобальт. Метод определения сурьмы
Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.01.86
№ 55 срок введения установлен

с 01.07.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на см³, л на дм³.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 741.0—80 на ГОСТ 741.1—80.

Раздел 2. Заменить слова: «10 %-ный свежеприготовленный раствор» на «свежеприготовленный раствор 100 г/дм³», «свежеприготовленный, 10 %-ный раствор» на «свежеприготовленный раствор 100 г/дм³», «0,2 %-ный раствор» на «раствор 2 г/дм³».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «пузырьков азота» на «пузырьков окислов азота».

Пункт 3.2 после слова «последовательно» дополнить значением: 0; после слова «соответствует» дополнить значением: 0,0.

(Продолжение см. с. 88)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.16—80)

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0001 до 0,0002 включ.	0,00005
Св. 0,0002 » 0,0004 »	0,00009
» 0,0004 » 0,0008 »	0,00015
» 0,0008 » 0,0015 »	0,0002
» 0,0015 » 0,002 »	0,0004

(ИУС № 5 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 741.16—80 Кобальт. Метод определения сурьмы
Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации
и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Вводная часть. Второй абзац изложить в новой редакции: «Метод основан на измерении светопоглощения комплексного соединения пятивалентной сурьмы с кристаллическим фиолетовым при длине волны 610 нм после выделения комплекса экстракцией толуолом».

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа»;

второй, третий абзацы. Заменить слова: «разбавленная 1 : 1» на «раствор 1 : 1»;

четвертый абзац. Заменить слова: «разбавленная 1 : 1 и 1 : 3» на «раствор 1 : 1 и 1 : 3»;

заменить слова, значения и ссылку: «серной кислотой, разбавленной 1 : 3» на «раствором серной кислоты 1 : 3», «соляной кислотой, разбавленной 1 : 1» на «раствором соляной кислоты 1 : 1»; 0,1 мг на $1 \cdot 10^{-4}$ г; 0,01 мг на $1 \cdot 10^{-5}$ г; 0,001 мг на $1 \cdot 10^{-6}$ г; ГОСТ 1089—73 на ГОСТ 1089—82;

исключить ссылку: ГОСТ 36—78.

(Продолжение см. с. 56)

Раздел 3 изложить в новой редакции «3. Проведение анализа»

3.1. Навеску кобальта массой 1,0000 г растворяют при нагревании в 20—25 см³ раствора азотной кислоты 1 : 1, выпаривают раствор до объема 5—7 см³, приливают 7—10 см³ раствора серной кислоты 1 : 1, нагревают до выделения паров серного ангидрида, а затем до удаления свободной серной кислоты. Охлаждают, растворяют соли в 25 см³ раствора соляной кислоты при температуре 60 °С, охлаждают, затем приливают 2 см³ раствора азотисто-кислого натрия, через 5 мин приливают 25 см³ воды, 2 см³ мочевины, взбалтывают раствор до прекращения выделения оксидов азота и переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³. Доливают водой до объема 130 см³, тотчас приливают 1 см³ раствора кристаллического фиолетового и 10 см³ толуола. Экстрагируют в течение 30 с. После расслоения органический слой сливают в мерную колбу вместимостью 25 см³. Экстракцию повторяют, органические фазы объединяют и доливают до метки толуолом.

Через 10—15 мин измеряют светопоглощение экстракта при длине волны 610 нм.

Массу сурьмы в анализируемом растворе находят по градуировочному графику с поправкой на массу сурьмы в растворе контрольного опыта.

(Продолжение см. с. 57)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.16—80)

3.2. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью 250 см³ отбирают 0; 1,00; 3,00; 7,00; 10,00; 20,00 см³ стандартного раствора В, что соответствует (0; 0,001; 0,003; 0,005; 0,007; 0,010; 0,020) · 10⁻³ г сурьмы. В каждый стакан доливают раствор соляной кислоты 1 : 1 до объема 25 см³. Далее проводят анализ, как указано в разд. 3.

По полученным значениям светопоглощения и соответствующим им массам сурьмы строят градуировочный график с поправкой на значение светопоглощения градуировочного раствора, не содержащего сурьмы».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (*d*), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (*D*), не должны превышать значений, приведенных в таблице.

(Продолжение см. с. 58)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.16—80)

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	<i>d</i>	<i>D</i>
От 0,00010 до 0,00020 включ.	0,00005	0,00007
Св. 0,00020 » 0,00040 »	0,00008	0,00010
» 0,0004 » 0,0008 »	0,0001	0,0001
» 0,0008 » 0,0015 »	0,0002	0,0002
» 0,0015 » 0,0020 »	0,0004	0,0004

(ИУС № 2 1992 г.)