

ФЕРРОНИОБИЙ
Метод определения содержания сурьмы

Ferroniobium Method for the determination
of antimony content

ГОСТ
15933.16—70

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при
Совете Министров ССР от 6/V 1970 г. № 626 срок введения установлен
с 1/VII 1971 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на феррониобий и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания сурьмы (при содержании сурьмы от 0,001 до 0,10%).

Метод основан на экстракции бензолом или толуолом окрашенного в фиолетовый цвет комплексного соединения гексахлорантимоната ($SbCl_6$)⁻ с кристаллическим фиолетовым. Сурьму предварительно выделяют на водной двуокиси марганца.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на феррониобий.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 15933.0—70.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—63.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67 и разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435—67, 10%-ный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—65, 4%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 и разбавленная 1:1.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—66, 10%-ный раствор

Кислота серная по ГОСТ 4204—66 и разбавленная 1:5.

Олово двуххлористое по ГОСТ 36—68, 10%-ный раствор; готовят следующим образом: 100 г хлористого олова растворяют при нагревании в 500 мл разбавленной 1:1 соляной кислоты и доливают до 1 л водой.

Мочевина по ГОСТ 6691—67, насыщенный раствор; готовят следующим образом: 100 г мочевины растворяют при нагревании в 100 мл воды.

Кристаллический фиолетовый, 0,2%-ный водный раствор.

Толуол по ГОСТ 5789—69.

Сурьма по ГОСТ 1089—62, марки СуО.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г металлической сурьмы растворяют при слабом нагревании в 20 мл концентрированной серной кислоты, охлаждают, приливают осторожно 200 мл воды и 80 мл серной кислоты. После охлаждения переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,1 мг сурьмы.

Раствор Б; готовят следующим образом: 100 мл стандартного раствора А наливают в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают. Раствор готовят в день применения.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг сурьмы.

Универсальная индикаторная бумага.

Платиновая чашка № 5 по ГОСТ 6563—58.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску феррониобия 1 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, приливают 5 мл фтористоводородной кислоты и осторожно, по каплям, избегая вспенивания, прибавляют концентрированную азотную кислоту до полного растворения навески. Если необходимо, то чашку подогревают до полного растворения навески. После растворения содержимое чашки смывают водой в стакан вместимостью 250—300 мл, раствор нейтрализуют разбавленным 1:1 аммиаком до выпадения осадка, который растворяют разбавленной 1:1 азотной кислотой, прибавляя ее до pH 2 по универсальной индикаторной бумаге. Затем раствор нагревают до кипения, приливают 10 мл 10%-ного раствора сернокислого марганца, 2 мл 4%-ного раствора марганцовокислого калия и кипятят в течение 7—10 мин. Осадок двуокиси марганца и метасурьмяной кислоты отфильтровывают через плотный фильтр и промывают 5—6 раз горячей водой. Промытый осадок

растворяют на фильтре горячей разбавленной 1:1 соляной кислотой, добавляя на фильтр несколько капель 10%-ного раствора азотистокислого натрия (для лучшего растворения двуокиси марганца). Фильтр промывают пять раз соляной кислотой, разбавленной 1:1, и 3—5 раз водой, собирая основной раствор и промывные воды в стакан, в котором происходило осаждение. К раствору приливают 5 мл разбавленной 1:5 серной кислоты и выпаривают содержимое стакана до 7—10 мл. Если остаток в стакане будет иметь темный цвет, то прибавляют 7—10 капель азотной кислоты и снова выпаривают до появления паров серной кислоты. После охлаждения растворяют соли при нагревании в 10 мл разбавленной 1:1 соляной кислоты, приливают 1 мл 10%-ного раствора хлористого олова (для восстановления железа), перемешивают, приливают 1 мл 10%-ного раствора азотистокислого натрия (для окисления сурьмы) и оставляют раствор на 5 мин.

Затем раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100—200 мл, обмывают стенки стакана 10 мл разбавленной 1:1 соляной кислоты, приливают 1 мл насыщенного раствора мочевины для связывания избытка азотистокислого натрия, 1 мл 4%-ного раствора фтористого натрия и тщательно перемешивают. После этого приливают 40—50 мл воды быстро не перемешивая, прибавляют 10 капель 0,2%-ного раствора кристаллического фиолетового и 15,0 мл толуола или бензола, закрывают воронку пробкой и встряхивают в течение 1 мин. Толуольному слою дают отстояться, водный слой сливают через кран, а через верхнее отверстие воронки сливают толуольный слой в сухую пробирку и плотно закрывают ее пробкой.

Оптическую плотность экстракта измеряют на фотоэлектролориметре с красным светофильтром (область светопропускания 610—660 нм) в кювете с толщиной слоя 20 мм.

В качестве раствора сравнения используют экстракт контрольного опыта.

3.1. Построение калибровочного графика

В колбы или стаканы вместимостью по 100 мл отмеривают пипеткой 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мл стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 мг сурьмы. В один стакан сурьму не прибавляют. Затем во все колбы прибавляют по 10 мл разбавленной 1:1 соляной кислоты, по 1 мл 10%-ного раствора хлористого олова, перемешивают и приливают по 1 мл 10%-ного раствора азотистокислого натрия, после чего оставляют растворы на 5 мин. Далее поступают, как указано в разд. 3. По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям сурьмы строят калибровочный график.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Содержание сурьмы (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g \cdot 100}{G \cdot 1000},$$

где:

g — количество сурьмы, найденное по калибровочному графику, в $мг$,

G — навеска, соответствующая аликовотной части раствора, взятой для колориметрирования, в $г$.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа не должны превышать величин, указанных в таблице.

Содержание сурьмы в %	Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа в абсолютных процентах
От 0,001 до 0,002	0,0003
Св. 0,002 " 0,005	0,0005
" 0,005 " 0,010	0,0010
" 0,010 " 0,020	0,0020
" 0,020 " 0,050	0,0050
" 0,050 " 0,10	0,0080