

ФЕРРОМОЛИБДЕН

Метод определения сурьмы

Ferromolybdenum. Method for determination
of antimonyГОСТ
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 ректификованный 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.

Т а б л и ц а 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 |

Изменение № 1 ГОСТ 13151.10—82 Ферромолибден. Методы определения сурьмы

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 01.06.87 № 1785

Дата введения 01 01.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

(Продолжение см. с. 80)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13151.10—82)

Раздел 2. Заменить ссылку и слова: «по ГОСТ 5962—67» на «технический по ГОСТ 13300—72», «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³» (2 раза); «0,5 %-ный водно-спиртовой раствор» на «водно-спиртовой раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³».

Пункт 4.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2».

(ИУС № 9 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 13151.10—82 Ферромолибден. Метод определения сурьмы
Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сер-
тификации (отчет Технического секретариата № 2 от 15.04.94)

Дата введения 1995—07—01

Под обозначением стандарта исключить обозначение: (СТ СЭВ 2871—81).
Вводная часть. Заменить значение: 0,050 % на 0,12 %; последний абзац
исключить.

Раздел 1. Заменить ссылки: ГОСТ 13020.0—75 на ГОСТ 28473—90, ГОСТ
6613—73 на ГОСТ 26201—84.

Раздел 2. Исключить ссылку: ГОСТ 36—78; заменить ссылку: ГОСТ
18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.1. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 24)

Т а б л и ц а 1

| Массовая доля сурьмы, % | Объем аликвотной части раствора, см ³ |
|-------------------------|---|
| От 0,005 до 0,01 включ. | 20,0 |
| Св. 0,01 до 0,03 » | 10,0 |
| » 0,03 » 0,05 » | 5,0 |
| » 0,05 » 0,12 » | 2,0 |

Пункт 3.2. Последний абзац. Заменить слово: «содержаниям» на «массам».

(Продолжение см. с. 25)

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 13151.10—82)

Пункт 4.2 и таблицу 2 изложить в новой редакции: «4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли сурьмы приведены в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля сурьмы, % | Погреш- ность ре- зультатов анализа Δ , % | Допускаемые расхождения, % | | | |
|----------------------------|--|---|---|---|---|
| | | двух средних результатов анализа, вы- полненных в различных условиях d_k | двух па- раллель- ных опре- делений d_2 | трех па- раллель- ных опре- делений d_3 | результатов ана- лиза стан- дартного образца от аттес- тованного значения δ |
| От 0,005 до 0,01 включ. | 0,003 | 0,004 | 0,003 | 0,004 | 0,002 |
| Св 0,01 » 0,02 » | 0,005 | 0,006 | 0,005 | 0,006 | 0,003 |
| » 0,02 » 0,05 » | 0,009 | 0,011 | 0,009 | 0,011 | 0,006 |
| » 0,05 » 0,12 » | 0,014 | 0,017 | 0,014 | 0,018 | 0,009 |

(ИУС № 3 1995 г.)

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|--|----|
| ГОСТ 13151.2—82 Ферромолибден. Метод определения вольфрама . | 1 |
| ГОСТ 13151.3—82 Ферромолибден. Методы определения углерода . | 8 |
| ГОСТ 13151.6—82 Ферромолибден. Методы определения фосфора . | 16 |
| ГОСТ 13151.7—82 Ферромолибден. Методы определения меди . | 23 |
| ГОСТ 13151.9—82 Ферромолибден. Методы определения олова . | 28 |
| ГОСТ 13151.10—82 Ферромолибден. Метод определения сурьмы . | 35 |

Редактор *Н. В. Бобкова*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *В. А. Ряукайте*

Сдано в наб. 28.08.84 Подп. в печ. 20.02.85 2,5 п. л. 2,5 усл. кр.-отт. 2,28 уч.-изд. л.
Тираж 10000 Цена 10 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 4234

| Величина | Единица | | |
|----------|--------------|---------------|---------|
| | Наименование | Обозначение | |
| | | международное | русское |

ОСНОВНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ

| | | | |
|-------------------------------|-----------|-----|------|
| Длина | метр | m | м |
| Масса | килограмм | kg | кг |
| Время | секунда | s | с |
| Сила электрического тока | ампер | A | А |
| Термодинамическая температура | кельвин | K | К |
| Количество вещества | моль | mol | моль |
| Сила света | кандела | cd | кд |

ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ

| | | | |
|---------------|-----------|-----|-----|
| Плоский угол | радиан | rad | рад |
| Телесный угол | стерадиан | sr | ср |

ПРОИЗВОДНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ, ИМЕЮЩИЕ СПЕЦИАЛЬНЫЕ НАИМЕНОВАНИЯ

| Величина | Наименование | Единица | | Выражение через основные и дополнительные единицы СИ |
|--|--------------|---------------|---------|--|
| | | международное | русское | |
| Частота | герц | Hz | Гц | с^{-1} |
| Сила | ньютон | N | Н | $\text{м} \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-2}$ |
| Давление | паскаль | Pa | Па | $\text{м}^{-2} \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-2}$ |
| Энергия | джоуль | J | Дж | $\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-2}$ |
| Мощность | ватт | W | Вт | $\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-3}$ |
| Количество электричества | кулон | C | Кл | $\text{с} \cdot \text{А}$ |
| Электрическое напряжение | вольт | V | В | $\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-3} \cdot \text{А}^{-1}$ |
| Электрическая емкость | фарад | F | Ф | $\text{м}^{-2} \cdot \text{кг}^{-1} \cdot \text{с}^4 \cdot \text{А}^2$ |
| Электрическое сопротивление | ом | Ω | Ом | $\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-3} \cdot \text{А}^{-2}$ |
| Электрическая проводимость | сименс | S | См | $\text{м}^{-2} \cdot \text{кг}^{-1} \cdot \text{с}^3 \cdot \text{А}^2$ |
| Поток магнитной индукции | вебер | Wb | Вб | $\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-2} \cdot \text{А}^{-1}$ |
| Магнитная индукция | тесла | T | Тл | $\text{кг} \cdot \text{с}^{-2} \cdot \text{А}^{-1}$ |
| Индуктивность | генри | H | Гн | $\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-2} \cdot \text{А}^{-2}$ |
| Световой поток | люмен | lm | лм | $\text{кд} \cdot \text{ср}$ |
| Освещенность | люкс | lx | лк | $\text{м}^{-2} \cdot \text{кд} \cdot \text{ср}$ |
| Активность радионуклида | беккерель | Bq | Бк | с^{-1} |
| Поглощенная доза ионизирующего излучения | грэй | Gy | Гр | $\text{м}^2 \cdot \text{с}^{-2}$ |
| Эквивалентная доза излучения | зиверт | Sv | Зв | $\text{м}^2 \cdot \text{с}^{-2}$ |