УДК 669.26.546.86.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

Метод определения сурьмы

Metallic chrome
Method for determination of antimony

ГОСТ 13020.13—85

(СТ СЭВ 4510—84)

Взамен
ГОСТ 13020.13—75

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1413 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы в металлическом хроме (при массовой доле сурьмы от 0,0002 до 0,01 %).

Метод основан на экстракции окрашенного в зеленый цвет комплексного соединения гексахлораитимоната с бриллиантовым зеленым. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 640 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания 590—670 нм.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4510—84.

281-95
9

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде стружки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 14262—78 или по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:4.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77 или по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

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

Мочевина по ГОСТ 6691—71, насыщенный раствор: 100 г мочевины растворяют в 100 см³ горячей воды и охлаждают.

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

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—78, 20 %-ный раствор в соляной кислоте, разбавленной 1:1.

Сурьма металлическая.

Стандартные растворы сурьмы:

раствор А: 0,0500 г металлической сурьмы растворяют, нагревая, в 25 см³ серной кислоты и охлаждают. Приливают 125 см³ разбавленной серной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

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

раствор Б: 50 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают 20 см³ серной кислоты, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор готовят перед применением.

Массовая концентрация сурьмы в растворе Б равна 0,00001 г/см³;

раствор В: 20 см³ стандартного раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой, определенной в зависимости от массовой доли сурьмы по табл. 1, помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ разбавленной серной кислоты, растворяют, слабо нагревая, и выпаривают раствор до начала выделения паров серной кислоты, затем охлаждают.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Масса навески пробы, г
От 0,0002 до 0,002 включ.	1,0
Св. 0,002 » 0,005 »	0,5
» 0,005 » 0,01 »	0,25

Соли растворяют, нагревая, в 10 см³ разбавленной соляной кислоты. Раствор охлаждают и переносят в делительную воронку при помощи 10 см³ разбавленной соляной кислоты. Приливают 1 см³ раствора двухлористого олова, 2 см³ раствора азотистокислого натрия и, периодически перемешивая, оставляют на 5 мин. После этого добавляют 1 см³ раствора мочевины, 70—80 см³ воды, 0,5 см³ раствора бриллиантового зеленого, встряхивают несколько раз, добавляют 20 см³ толуола и вновь встряхивают в течение 1 мин.

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.

Массу сурьмы находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы или методом сравнения по стандартным образцам металлического хрома, близким по составу к анализируемому металлическому хрому и проведенным через все стадии анализа.

3.2. Построение градуировочного графика

В семь стаканов из восьми помещают 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0; 11,0 и 13,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0,000002; 0,000006; 0,00001; 0,000014; 0,000018; 0,000022 и 0,000026 г сурьмы. Во все стаканы приливают 20 см³ разбавленной серной кислоты и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

Раствор восьмого стакана, в который не добавляют стандартный раствор В, служит для проведения контрольного опыта на содержание сурьмы в реактивах.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующему им содержанию сурьмы строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю сурьмы (X) в процентах, определенную методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески, г.

4.2. Массовую долю сурьмы (X_1) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C(D-D_2)}{D_1-D_2},$$

где C — массовая доля сурьмы в стандартном образце, %;

D — оптическая плотность анализируемого раствора металлического хрома;

D_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта;

D_1 — оптическая плотность раствора стандартного образца.

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

Таблица 2

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0002 до 0,0005 включ.	0,0002
Св. 0,0005 » 0,0010 »	0,0004
» 0,001 » 0,002 »	0,001
» 0,002 » 0,005 »	0,002
» 0,005 » 0,010 »	0,003

gost.e-ecolog.ru