УДК 669.4 : 546.86.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ

Метод определения сурьмы

Lead.
Method for the determination of stibium

ОКСТУ 1725

ГОСТ 20580.7—80*
(СТ СЭВ 912—78)

Взамен
ГОСТ 20580.7—75

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 апреля 1980 г. № 1976 срок действия установлен с 01.12.80

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 20.12.83 № 6396 срок действия продлен до 01.12.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения сурьмы от 0,0002 до 0,25% в свинце (99,992—99,5%).

Метод основан на взаимодействии иона $[SbCl_6]$ — с кристаллическим фиолетовым. Образующийся нерастворимый в воде комплекс хорошо экстрагируется толуолом, окрашивая его в сине-фиолетовый цвет. Оптическую плотность полученного раствора измеряют при длине волн 610 нм.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 912—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20580.0—80.

1.2. Правильность получаемых результатов анализа контролируется одновременным определением массовой доли сурьмы в соответствующем СО свинца № 1591—79 — 1594—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

* *Переиздание декабрь 1984 г. с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1983 г. (ИУС 4—84).*

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор с (HCl) = = 9 моль/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75 и разбавленная 3 : 1.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77.

Сурьма по ГОСТ 1089—82.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, 1%-ный раствор в растворе соляной кислоты концентрации 9 моль/дм³.

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

Олово (II) хлористое по ГОСТ 36—78, 10%-ный раствор в растворе соляной кислоты концентрации 9 моль/дм³.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, 50%-ный раствор, свежеприготовленный.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Кристаллический фиолетовый, 0,2%-ный раствор.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А: 0,1 г порошка металлической сурьмы растворяют при нагревании в 20 см³ серной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, охлаждают, доливают до метки раствором соляной кислоты концентрации 9 моль/дм³ и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг сурьмы.

Раствор Б: 5 мл раствора А разбавляют раствором соляной кислоты концентрации 9 моль/дм³ в мерной колбе вместимостью 200 см³, доливают до метки раствором соляной кислоты концентрации 9 моль/дм³ и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,0025 мг сурьмы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В зависимости от массовой доли сурьмы берут навески свинца, масса которых указана в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,0002 до 0,001	1	Весь раствор
Св. 0,001 » 0,005	2	10
» 0,005 » 0,01	1	10
» 0,01 » 0,05	0,5	5
» 0,05 » 0,1	0,25	5
» 0,1 » 0,25	0,25	2

Навеску растворяют при нагревании в 15 см³ раствора уксусной кислоты (3 : 1) в присутствии 2 см³ раствора перекиси водорода. Прибавляют 1 г винной кислоты и раствор упаривают до сухого остатка на водяной бане. К сухому остатку приливают 10 см³ раствора соляной кислоты концентрации 9 моль/дм³, нагревают в течение 5 мин на водяной бане и охлаждают.

При анализе свинца с массовой долей сурьмы от 0,0002 до 0,001% используют весь раствор. При массовой доле сурьмы в свинце свыше 0,001 до 0,25% раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки раствором соляной кислоты концентрации 9 моль/дм³ и перемешивают. Для определения сурьмы отбирают аликвотную часть раствора по табл. 1. Если необходимо, доводят объем до 10 см³, приливая раствор соляной кислоты концентрации 9 моль/дм³. К солянокислому раствору прибавляют 1 см³ раствора хлорного железа, затем по каплям раствор хлористого олова до обесцвечивания раствора. Приливают 2 см³ раствора азотистокислого натрия и оставляют на 5 мин, время от времени перемешивая. Приливают 10 см³ дистиллированной воды, 1 см³ раствора мочевины и энергично перемешивают в течение нескольких минут для разрушения избытка окислителя. Декантированием переносят раствор в делительную воронку вместимостью 100 см³. Осадок хлористого свинца промывают несколько раз водой, прибавляя промывные воды декантированием к основному раствору. Общий объем водной фазы должен быть 50 см³.

К раствору в делительной воронке приливают 1 см³ раствора кристаллического фиолетового, перемешивают, прибавляют 20 см³ толуола и энергично встряхивают в течение 2 мин. В присутствии сурьмы органический экстракт окрашивается в сине-фиолетовый цвет. Водный слой отбрасывают, а толуольный слой фильтруют через сухой бумажный фильтр в кювету и измеряют оптическую плотность раствора в области длин волн 610—630 нм. Раствором сравнения служит толуол. Одновременно с проведением анализа проводят контрольные опыты со всеми применяемыми в ходе анализа реактивами и в тех же условиях. Количество сурьмы в колориметрируемом объеме устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести стаканчиков вместимостью 100 см³ приливают из микробюретки соответственно 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора сурьмы Б. Шестой стакан служит для проведения контрольного опыта. Доводят объем до 10 см³ раствором соляной кислоты концентрации 9 моль/дм³, приливают 1 см³ раствора хлорного железа и далее поступают как указано в п. 3.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им массовым долям сурьмы строят градуировочный график.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю сурьмы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

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

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески свинца, г.

4.2. 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	0,0001
Св. 0,0005 » 0,001	0,0002
» 0,001 » 0,003	0,0004
» 0,003 » 0,005	0,0005
» 0,005 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,05	0,005
» 0,05 » 0,1	0,007
» 0,1 » 0,25	0,01

Изменение № 2 ГОСТ 20580.7—80 Свинец. Метод определения сурьмы

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 17.07.90 № 2203

Дата введения 01.01.91

Под наименованием стандарта заменить код: ОКСТУ 1725 на ОКСТУ 1709.

Пункт 1.1 после слова «анализа» дополнить словами: «и требования безопасности».

Пункт 1.2 исключить.

Раздел 2. Заменить слова: 1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³»; «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³»; «по ГОСТ 36—78, 10 %-ный раствор» на «по ТУ 6—09—5384—88, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³»; «50 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 500 г/дм³»; «0,2 %-ный раствор» на «по ТУ 6—09—4119—75, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³»;

Раствор А. Заменить значение: 0,1 г на 0,100 г.

Пункт 3.1. Таблица 1. Графа «Масса навески, г». Заменить значения: 1 на 1,000 (2 раза); 2 на 2,000; 0,5 на 0,500; 0,25 на 0,250 (2 раза).

Пункт 3.2. Первый абзац после слов «стандартного раствора сурьмы Б» дополнить словами: «что соответствует 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 и 12,5 мкг сурьмы».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля сурьмы, %	Допускаемые расхождения параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,0002 до 0,0005 включ.	0,0001	0,0001
Св. 0,0005 » 0,0010 »	0,0002	0,0003
» 0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,0005
» 0,0030 » 0,0100 »	0,0010	0,0013
» 0,010 » 0,030 »	0,002	0,003
» 0,030 » 0,100 »	0,005	0,006
» 0,10 » 0,25 »	0,01	0,02

(ИУС № 11 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru