УДК 669.15'28—198 : 543.06 : 006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОМОЛИБДЕН

Метод определения сурьмы

Ferromolybdenum. Method for determination of antimony

ГОСТ 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 ферромолибдене (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.

ВНИИКИ

gost.e-ecolog.ru

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 двухлористое 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, см³
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.

Таблица 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 18300—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 сертификации (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)

Таблица 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, %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного 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. Рякайте*

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. Миндаугу, 12/14. Зак. 4234

Цена 16 коп.

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

gost.e-ecolog.ru