МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕДЬ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

Издание официальное

БЗ 4—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.3:546.86.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕДЬ

Методы определения сурьмы

ГОСТ 13938.10—78

Copper. Methods for determination of antimony

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,0005 до 0,1 %) методы определения сурьмы в меди марок в соответствии с ГОСТ 859.

Фотометрический метод основан на образовании окрашенного соединения хлоркомплекса сурьмы (V) с родамином С (В) в органической фазе после экстракции хлоркомплекса сурьмы изопропиловым эфиром. Оптическую плотность растворов соединения сурьмы с родамином С (В) измеряют при длине волны 550 мм.

Атомно-абсорбционный метод основан на измерении поглощения линии сурьмы в пламени ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух при длине волны 217,6 нм. При содержании сурьмы до 0,01 % предварительно выделяют ее соосаждением на гидроксиде железа и растворением осадка в соляной кислоте.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 13938.1.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со всеми принадлежностями.

Центрифуга со всеми принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 1 моль/дм^3 раствор и разбавленная 7:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор 10 г/дм^3 в 1 моль/дм^3 соляной кислоте (устойчив в течение 3 сут).

Медь по ГОСТ 859, раствор: 25 г меди растворяют в 150 см^3 соляной кислоты, прибавляя порциями 100 см^3 перекиси водорода. Во избежание преждевременного разложения перекиси водорода раствор постоянно охлаждают. Раствор меди переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 7:3.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 5644, свежеприготовленный раствор 10 г/дм^3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Родамин С (В), раствор 0,4 г/дм^3 в 1 моль/дм^3 соляной кислоте.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 2000
Переиздание с Изменениями

Церий (IV) сернокислый, раствор 42 г/дм^3 готовят следующим образом: 4,2 г сернокислого церия нагревают с 5 см^3 серной кислоты до появления паров серной кислоты. К раствору приливают 50 см^3 воды, нагревают до растворения солей, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Доливают до метки водой и перемешивают.

Изопропиловый эфир.

Трехокись сурьмы.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Растворы сурьмы стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,120 г трехокиси сурьмы нагревают с 200 см^3 соляной кислоты, разбавленной 7:3, в конической колбе вместимостью 1 дм^3 со шлифом и дефлегматором до полного растворения. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 7:3. Такой же раствор может быть приготовлен из сурьмы: 0,100 г тонкорастертой сурьмы помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют при сильном нагревании в 20 см^3 серной кислоты. Раствор выпаривают до объема 5 см^3, охлаждают, прибавляют 200 см^3 соляной кислоты, разбавленной 7:3. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, ополаскивают стакан соляной кислотой той же концентрации и присоединяют к раствору в мерной колбе. Раствор доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 7:3, и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,1 мг сурьмы.

Раствор Б; готовят следующим образом: пипеткой отбирают 25 см^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 7:3, и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,025 мг сурьмы.

Раствор В; готовят следующим образом: пипеткой отбирают 20 см^3 раствора Б в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 7:3, и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,005 мг сурьмы.

Растворы Б и В устойчивы в течение 8 ч.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску меди массой, указанной в табл. 1, помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 7:3, при добавлении небольшими порциями 15 см^3 перекиси водорода. Избыток перекиси водорода и выделившийся хлор удаляют кипячением раствора.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Масса навески меди, г	Объем мерной колбы, см^3	Аликвотная часть раствора, см^3	Объем изопропилового эфира, см^3
От 0,0005 до 0,0025 включ.	5,0	100	10	10
Св. 0,0025 » 0,006 »	2,0	100	10	10
» 0,006 » 0,025 »	2,5	100	10	50
» 0,025 » 0,06 »	2,5	250	10	50
» 0,06 » 0,1 »	1,0	200	10	50

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу и доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 7:3.

Отмеривают пипеткой 10 см^3 раствора в стакан вместимостью 100—150 см^3, приливают 1 см^3 раствора сернистокислого натрия и 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 7:3, закрывают стакан часовым стеклом и нагревают до кипения. Раствор сразу же охлаждают холодной водой (ниже 20 °С) и прибавляют 4 см^3 раствора сернокислого церия (IV). Через 1 мин приливают 10 капель раствора солянокислого гидроксиламина, хорошо перемешивают и переносят содержимое стакана 50 см^3 воды в делительную воронку вместимостью 100—150 см^3. Отмеривают бюреткой изопропиловый эфир (см. табл. 1) и экстрагируют сурьму в течение 1 мин. Водный раствор отбрасывают, экстракт промывают 2 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина в течение 30 с. После отделения водного

раствора экстракт промывают 5 см³ 1 моль/дм³ раствора соляной кислоты. Водный раствор отделяют, а к органическому слою добавляют 4 см³ раствора родамина и взбалтывают содержимое воронки в течение 30 с. Избыток раствора родамина отделяют, экстракт сливают в стакан центрифуги и центрифугируют в течение 2 мин.

При отсутствии центрифуги экстракт сливают в стакан вместимостью 100—150 см³, обезвоживают при помощи 0,5 г сернокислого натрия и помещают в цилиндр с притертой пробкой. Оптическую плотность экстракта измеряют при длине волны 550 нм в кювете с оптимальной толщиной слоя.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит изопропиловый эфир.

Одновременно проводят два контрольных опыта со всеми применяемыми реактивами. Среднюю величину оптической плотности контрольного опыта вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора.

Массу сурьмы в растворе устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочных графиков

Градуировочные графики строят соответственно содержаниям сурьмы, указанным в табл. 2. Для этого в стаканы вместимостью 100—150 см³ отбирают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 3,5 см³ стандартного раствора сурьмы Б или В и объемы раствора меди, соответствующие табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля сурьмы, %	Объем раствора меди, см³	Объем стандартного раствора сурьмы, см³	Масса сурьмы, мкг	Объем изопропилового эфира, см³
		Раствор В		
От 0,0005 до 0,006	4	0,5	2,5	10
	4	1,0	5,0	10
	4	1,5	7,5	10
	4	2,0	10,0	10
	4	2,5	12,5	10
		Раствор Б		
Св. 0,006 до 0,1	2	0,5	12,5	50
	2	1,0	25,0	50
	2	1,5	37,5	50
	2	2,0	50,0	50
	2	2,5	62,5	50

Растворы разбавляют соляной кислотой, разбавленной 7:3, до объема 15 см³, прибавляют 1 см³ раствора сернистокислого натрия, накрывают часовым стеклом и нагревают до кипения. Далее проводят анализ, как указано в п. 3.1.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им содержаниям сурьмы строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \cdot 10000},$$

где m — масса навески меди, г;

m_1 — масса сурьмы, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — объем анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см³.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений	анализов
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,0006
» 0,003 » 0,010 »	0,001	0,002
» 0,010 » 0,030 »	0,002	0,004
» 0,030 » 0,100 »	0,004	0,007

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.3. Допускается определение сурьмы экстракционно-фотометрическим методом с применением кристаллического фиолетового или бриллиантового зеленого.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

5.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любого типа.

Источник излучения на сурьму.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Пропан-бутан по ГОСТ 20448.

Компрессор воздушный.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор (1:1), 1 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор (1:1).

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор 1:99.

Железо по ГОСТ 9849, раствор 25 г/дм^3 в растворе азотной кислоты 1 моль/дм^3.

Медь по ГОСТ 859.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Сурьма трехокись.

Стандартные растворы сурьмы в разд. 2.

5.2. Проведение анализа

5.2.1. Навеску меди массой 5,0 г (при содержании сурьмы до 0,01 %) помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют при нагревании в 25 см^3 раствора азотной кислоты (1:1). После удаления оксидов азота приливают 250 см^3 воды и 5 см^3 раствора железа, нагревают до 60—70 °С. Добавляют аммиак в таком количестве, чтобы вся медь перешла в аммиачный комплекс и еще 5 см^3.

Оставляют при 60 °С до коагуляции осадка, после чего фильтруют через фильтр средней плотности. Промывают осадок на фильтре 2—3 раза горячим раствором аммиака (1:99).

Растворяют осадок в 10 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 25 см^3, и промывают фильтр 2—3 раза горячей водой. После охлаждения разбавляют водой до метки и перемешивают.

Измеряют поглощение анализируемого раствора при длине волны 217,7 нм одновременно с раствором контрольного опыта и растворами для построения градуировочного графика.

Массу сурьмы определяют по градуировочному графику.

Допускается определение в анализируемом растворе висмута (от 0,0005 до 0,005 %), олова (от 0,01 до 0,06 %) и свинца (от 0,0005 до 0,005 %).

5.2.2. Навеску меди массой 1,0 г (при содержании сурьмы свыше 0,01 %) помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 10—15 см^3 раствора азотной кислоты (1:1). После растворения навески приливают 10 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, разбавляют до метки раствором соляной кислоты 1 моль/дм^3 и перемешивают.

Измеряют поглощение, как описано в п. 5.2.1.

5.2.3. Для построения градуировочного графика в семь стаканов вместимостью до 400 см^3 помещают 1,0 или 5,0 г меди (в зависимости от содержания сурьмы) и растворяют в соответствии с пп. 5.2.1 и 5.2.2. В шесть из семи стаканов добавляют 0,25; 0,50; 1,00; 2,00; 3,00 и 5,00 см^3 стандартного раствора Б и проводят анализ в соответствии с п. 5.2.1 или 5.2.2.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им концентрациям сурьмы строят градуировочный график.

При построении графика значение сигнала фонового раствора вычитают из значения сигнала каждого стандартного раствора и проводят график из начала координат.

5.3. Обработка результатов

5.3.1. Массовую долю сурьмы (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V \cdot 100}{m \cdot 100},$$

где m_1 — масса сурьмы в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, мг;

m_2 — масса сурьмы в растворе контрольного опыта, мг;

m — масса навески меди, г;

V — вместимость мерной колбы, см^3.

5.3.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 4).**

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Исключено, Изм. № 4).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Г.П. Гиганов, Е.М. Феднева, А.А. Бляхман, Е.Д. Шувалова, А.Н. Савельева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24.01.78 № 155**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13938.10—68**

4. **Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 5956—84**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 859—78	Вводная часть; 2; 5.1
ГОСТ 1089—82	2; 5.1
ГОСТ 3118—77	2; 5.1
ГОСТ 3760—79	5.1
ГОСТ 4166—76	2
ГОСТ 4204—77	2; 5.1
ГОСТ 4461—77	5.1
ГОСТ 5456—79	2
ГОСТ 5457—75	5.1
ГОСТ 5644—75	2
ГОСТ 9849—86	5.1
ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 13938.1—78	1
ГОСТ 20448—90	5.1

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в марте 1979 г., апреле 1983 г., июне 1985 г., апреле 1988 г. (ИУС 5—79, 7—83, 8—85, 7—88)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 02.12.99. Подписано в печать 17.01.2000. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,67. Тираж 147 экз. С4189. Зак. 23.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru