ГОСТ 13047.9—81

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.24 : 546.86.06 : 006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

Метод определения сурьмы

Nickel. Method for the determination of antimony

ГОСТ 13047.9—81*

Взамен ГОСТ 13047.9—67

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 декабря 1981 г. № 5514 срок введения установлен

с 01.01.82

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

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения сурьмы при массовой доле ее в никеле от 0,0001 до 0,003 %.

Метод основан на растворении никеля в азотной кислоте, выделении сурьмы осаждением на гидратированную двуокись марганца, получении комплексного соединения пятивалентной сурьмы с кристаллическим фиолетовым, экстракции комплекса в толуол с последующим измерением оптической плотности при длине волны 610 нм.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2255—80.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13047.1—81. Контроль точности результатов анализа осуществляют по ГСО или методом добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, растворы 1 : 1, 1 : 2 и 1 : 100.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, растворы 7 : 3, 1 : 1, 1 : 2 и 0,5 М.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор 1 : 3.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.
Марганец сернокислый по ГОСТ 435—77, раствор 80 г/дм^3.
Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор 30 г/дм^3.
Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор 300 г/дм^3.
Олово двухлористое по ТУ 6—09—5393—88, раствор 100 г/дм^3 в растворе соляной кислоты 1 : 1.
Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор 100 г/дм^3.
Мочевина по ГОСТ 6691—77, насыщенный раствор.
Кристаллический фиолетовый, раствор 2 г/дм^3.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

* *Переиздание (июль 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1986 г. (ИУС 10—86)*

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 1999

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Бумага универсальная индикаторная.

Сурьма металлическая по ГОСТ 1089—82.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А: 0,5000 г сурьмы растворяют при нагревании в 50 см^3 серной кислоты. Раствор охлаждают, разбавляют раствором соляной кислоты 1 : 2 до объема 400 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, охлаждают, доливают 0,5 М раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,5 мг сурьмы.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают раствором соляной кислоты 7 : 3 до метки и перемешивают.

Раствор хранят не более 30 сут.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг сурьмы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску никеля массой, установленной в зависимости от содержания сурьмы, помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в растворе азотной кислоты 1 : 1 в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Масса навески никеля, г	Объем раствора азотной кислоты 1 : 1 для растворения, см^3
От 0,0001 до 0,0004	5	50
Св. 0,0004 » 0,001	2	20
» 0,001 » 0,003	0,5	10

После удаления окислов азота кипячением раствор разбавляют водой до 200 см^3, нейтрализуют аммиаком до появления неисчезающего во время перемешивания осадка и затем его растворяют раствором азотной кислоты 1 : 2, добавленным по каплям (pH раствора устанавливают от 2 до 3 по универсальной индикаторной бумаге). В раствор добавляют 1,5 см^3 раствора сернокислого марганца, нагревают до кипения, добавляют 3 см^3 раствора марганцовокислого калия и кипятят 1 мин до коагуляции осадка. После 30 мин фильтруют осадок на фильтр средней плотности и промывают его горячим раствором азотной кислоты 1 : 100.

Осадок с развернутого фильтра смывают водой в стакан, в котором проводилось осаждение, остаток на фильтре растворяют в 20 см^3 горячего раствора серной кислоты 1 : 3, одновременно добавляя 5—8 капель раствора перекиси водорода. Фильтр промывают горячей водой и отбрасывают его. Раствор упаривают до влажного остатка. После охлаждения к остатку прибавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты 7 : 3 и оставляют на водяной бане до растворения солей. Раствор охлаждают, переводят в делительную воронку вместимостью 150 см^3, обмывая стакан 5 см^3 раствора соляной кислоты 7 : 3, прибавляя его по частям.

Добавляют одну или две капли раствора двухлористого олова до обесцвечивания раствора, перемешивают и оставляют на 1 мин. Добавляют 1 см^3 раствора азотистокислого натрия, перемешивают и оставляют на 5 мин. Затем добавляют 1 см^3 раствора мочевины и перемешивают 30 с.

Далее добавляют 65 см^3 воды, 1 см^3 раствора кристаллического фиолетового, перемешивают после добавления каждого реактива. Добавляют 25,0 см^3 толуола и экстрагируют в течение 1 мин. Органическую фазу переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 610 нм. Раствором сравнения служит толуол.

Массу сурьмы находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Построение градуировочного графика

В пять из шести делительных воронок вместимостью по 150 см^3 отбирают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,01; 0,015; 0,020 и 0,025 мг сурьмы. Во

все воронки добавляют раствор соляной кислоты 7 : 3 до 10 см^3, прибавляют 1 каплю раствора двухлористого олова и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит толуол.

Из полученных значений оптических плотностей растворов вычитают значение раствора, не содержащего сурьмы, и по полученным значениям строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

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

m_2 — масса сурьмы в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески никеля, г.

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

Таблица 2

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0001 до 0,0002	0,00006
Св. 0,0002 » 0,0004	0,00012
» 0,0004 » 0,0006	0,0002
» 0,0006 » 0,0012	0,0003
» 0,0012 » 0,003	0,0005

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 21.07.99. Подписано в печать 09.08.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,40.
Тираж 132 экз. С3489. Зак. 650.

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

gost.e-ecolog.ru