УДК 669.018.44:546.86.06:006.354 Группа В39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ

Методы определения сурьмы

ГОСТ 24018.2—80

Nickel—based fireresistant alloys.
Methods for the determination of antimony

МКС 77.120.40
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.81

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы (при массовых долях от 0,0002 % до 0,010 %), экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы (при массовых долях от 0,0005 % до 0,010 %) и инверсионно-вольтамперометрический метод определения сурьмы (при массовых долях от 0,0001 % до 0,005 %).

(Измененная редакция, Изм. № 2)

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 24018.0.

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ В СПЛАВАХ С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ НЕ БОЛЕЕ 3 % ВОЛЬФРАМА И НЕ БОЛЕЕ 3 % ТИТАНА

2.1. Сущность метода

Метод основан на взаимодействии аниона гексахлорантимоната с бриллиантовым зеленым в среде раствора серной и соляной кислот с образованием окрашенного в сине-зеленый цвет соединения, экстрагируемого толуолом.

Оптическую плотность экстракта измеряют на спектрофотометре при длине волны 640 нм или фотоколориметре в области светопропускания от 610 до 700 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1, 1:5.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ГОСТ 14262 и разбавленная 1:1, 1:4, 1:10.

Смесь соляной и азотной кислот: к 150 см^3 соляной кислоты приливают 50 см^3 азотной кислоты и перемешивают, и смесь разбавленная 1:1, готовят непосредственно перед использованием.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор с массовой концентрацией 10 г/см^3, (г/дм^3).

Карбамид (мочевина) по ГОСТ 6691, насыщенный раствор: 100 г карбамида растворяют в 100 см^3 горячей воды, охлаждают.

Олово двухлористое 2-водное, раствор с массовой концентрацией 25 г/см^3, (г/дм^3) в соляной кислоте (1:5).

Спирт этиловый по ГОСТ 5962* или ГОСТ 18300.

Бриллиантовый зеленый, раствор с массовой концентрацией 0,5 г/см^3, (г/дм^3):

0,5 г бриллиантового зеленого растворяют в 25 см^3 этилового спирта, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000 (здесь и далее).

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Толуол по ГОСТ 5789.

Сурьма марок Су00, Су000, Су0000, Су00000 по ГОСТ 1089.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А: 0,10 г металлической сурьмы растворяют в 30 см^3 серной кислоты при нагревании, охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, содержащую 400 см^3 серной кислоты (1:4). Раствор охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 стандартного раствора А содержит 0,0001 г сурьмы.

Раствор Б: 10 см^3 стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают серной кислотой (1:10) до метки и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

1 см^3 стандартного раствора Б содержит 0,00001 г сурьмы.

Раствор В: 10 см^3 стандартного раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают серной кислотой (1:10) до метки и перемешивают, готовят непосредственно перед использованием.

1 см^3 стандартного раствора В содержит 0,000001 г сурьмы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Массу навески сплава (табл. 1) помещают в стакан (или колбу) вместимостью 250—300 см^3, приливают 15—20 см^3 смеси соляной и азотной кислот и 5 см^3 серной кислоты. Стакан накрывают стеклом и растворяют навеску при умеренном нагревании. Раствор выпаривают до начала выделения паров серной кислоты и охлаждают.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Масса навески сплава, г	Объем раствора после разбавления, см^3	Объем аликвотной части раствора, см^3	Масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г
От 0,0002 до 0,001 включ.	0,5	—	Весь	0,5
Св. 0,001 » 0,0025 »	0,25	—	Весь	0,25
» 0,0025 » 0,005 »	0,25	50	20	0,1
» 0,005 » 0,01 »	0,25	50	10	0,05

При массовой доле сурьмы от 0,0002 % до 0,0025 % к содержимому стакана добавляют 15 см^3 соляной кислоты (1:1), осторожно нагревают до растворения солей и охлаждают. Затем приливают порциями 1—3 см^3 раствора двухлористого олова (до полного восстановления железа), 2—4 см^3 раствора азотистокислого натрия (до установления неизменяющейся окраски раствора) и, периодически перемешивая раствор, дают ему стоять в течение 3 мин. К раствору приливают 1 см^3 насыщенного раствора мочевины, перемешивают и переливают его в делительную воронку вместимостью 250 см^3. Затем добавляют 50—60 см^3 воды (до объема водной фазы 80—90 см^3), 15 капель (0,5 см^3) раствора бриллиантового зеленого, 10 см^3 толуола, после чего воронку с содержимым энергично встряхивают 1 мин. Толуольному и водному слоям дают отстояться в течение 0,5 мин, водный слой сливают, а толуольный — отфильтровывают через вату в кювету с толщиной слоя 10 мм, закрывают кювету крышкой и через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при λ_{max} = 640 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 610 до 700 нм. В качестве раствора сравнения используют толуол. Массу сурьмы находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

При массовой доле сурьмы от 0,0025 % до 0,01 % к содержимому стакана добавляют 15 см^3 соляной кислоты (1:1), осторожно нагревают до растворения солей и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют соляной кислоты (1:1) до метки и перемешивают. Аликвотную часть раствора (табл. 1) помещают в стакан или колбу вместимостью 100—150 см^3, добавляют 3 см^3 серной кислоты (в случае аликвотной части раствора 20 см^3), или 4 см^3 серной кислоты (в случае аликвотной части 10 см^3), приливают 1—3 см^3 двухлористого олова и далее анализ проводят, как указано выше.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3.2. Построение градуировочного графика

В пять из шести стаканов (или колб) вместимостью 250—300 см^3 приливают последовательно 1, 2, 3, 5, 7 см^3 стандартного раствора В сурьмы.

Из значений оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта. По найденным величинам оптической плотности растворов и соответствующим им массам сурьмы строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.4. Обработка результатов

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

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

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

m_1 — масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать (при доверительной вероятности 0,95) допускаемых значений, указанных в табл. 3б.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ В СПЛАВАХ С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ БОЛЕЕ 3 % ВОЛЬФРАМА И БОЛЕЕ 3 % ТИТАНА

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции взаимодействия аниона сурьмы ($SbCl_6^-$) — с метиленовым голубым в среде 4 моль/дм^3 серной и 1 моль/дм^3 соляной кислот с образованием комплексного соединения, окрашенного в синий цвет, экстрагируемого хлороформом, или с бриллиантовым зеленым в среде серной и соляной кислот с образованием комплексного соединения, окрашенного в сине-зеленый цвет, экстрагируемого толуолом. Максимальное светопоглощение раствора наблюдается при λ_{max} = = 655 нм или λ_{max} = 640 нм соответственно. Сурьму предварительно отделяют от мешающих элементов осаждением в виде сульфида тиоацетамидом в 0,5 н. солянокислом растворе в присутствии винной кислоты с использованием в качестве коллектора сульфида ртути.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр, спектрофотоколориметр или фотоэлектроколориметр.

Термометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ГОСТ 14261 и разбавленная 1:5.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ГОСТ 11125 и разбавленная 1:15.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ГОСТ 14262 и разбавленная 1:1, 1:4, 1:10.

Смесь азотной и соляной кислот: к 150 см^3 соляной кислоты приливают 50 см^3 азотной кислоты и перемешивают; и разбавленная 1:1, готовят непосредственно перед использованием.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор с массовой концентрацией 50 г/см^3, (г/дм^3).

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ГОСТ 24147.

Аммоний роданистый по ГОСТ 19522, раствор с массовой концентрацией 5 г/см^3, (г/дм^3).

Тиоацетамид, раствор с массовой концентрацией 2 г/см^3, (г/дм^3).

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор с массовой концентрацией 10 г/см^3, (г/дм^3).

Карбамид (мочевина) по ГОСТ 6691, насыщенный раствор: 100 г карбамида растворяют в 100 см^3 воды, охлаждают.

Олово двухлористое, раствор с массовой концентрацией 25 г/см^3, (г/дм^3) в соляной кислоте, разбавленный 1:5.

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456.

Метиленовый голубой, водный раствор с массовой концентрацией 0,1 г/см^3, (г/дм^3).

Спирт этиловый по ГОСТ 5962, ГОСТ 18300.

Бриллиантовый зеленый, раствор с массовой концентрацией 0,5 г/см^3, (г/дм^3):

0,5 г бриллиантового зеленого растворяют в 25 см^3 этилового спирта, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Универсальная индикаторная бумага, pH—1—10.

Ртуть (II) азотнокислая по ГОСТ 4520 раствор с массовой концентрацией 1 г/см^3, (г/дм^3):

1 г азотнокислой ртути растворяют в 80 см^3 азотной кислоты (1:15). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Сурьма марок Су00, Су000, Су0000, Су00000 по ГОСТ 1089.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А: 0,10 г металлической сурьмы растворяют в 30 см^3 серной кислоты при нагревании и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, содержащую 400 см^3 серной кислоты (1:4). Раствор охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 стандартного раствора А содержит 0,0001 г сурьмы.

Раствор Б: 10 см^3 стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают серной кислотой (1:10) до метки и перемешивают, готовят непосредственно перед использованием.

1 см^3 стандартного раствора Б содержит 0,00001 г сурьмы.

Раствор В: 10 см^3 стандартного раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают серной кислотой (1:10) до метки и перемешивают, готовят непосредственно перед использованием.

1 см^3 стандартного раствора В содержит 0,000001 г сурьмы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Массу навески сплава (табл. 3) помещают в стакан (или колбу) вместимостью 250—300 см^3, приливают 30 см^3 смеси соляной и азотной кислот, 5 см^3 серной кислоты. Стакан (или колбу) накрывают часовым стеклом и растворяют навеску при умеренном нагревании. Раствор выпаривают до начала выделения паров серной кислоты, охлаждают. К содержимому стакана (или колбы) приливают 50 см^3 воды, 20 см^3 раствора винной кислоты и нагревают раствор в течение 10 мин до растворения солей. Добавляют 20—30 см^3 раствора аммиака до получения pH 8—9 по универсальному индикатору и нагревают до растворения вольфрамовой кислоты. К раствору приливают соляную кислоту до pH 2 по универсальному индикатору и избыток ее 7,5 см^3. Раствор доливают водой приблизительно до 150 см^3 и нагревают до начала кипения.

Таблица 3*

Массовая доля сурьмы, %	Масса сплава, г
От 0,0005 до 0,004 включ.	0,5
Св. 0,004 » 0,008 »	0,25
» 0,008 » 0,01 »	0,20

Осторожно добавляют 1—2 г гидроксиламина гидрохлорида и кипятят раствор до полного восстановления железа (по реакции с роданистым аммонием).

Прибавляют 10 см^3 раствора тиоацетамида, выдерживают раствор при температуре 90 °С — 95 °С в течение 10 мин, затем добавляют 1 см^3 раствора азотнокислой ртути и еще 10 см^3 раствора тиоацетамида. Раствор с выпавшим осадком сульфидов выдерживают 30—40 мин при температуре 85 °С — 90 °С и оставляют при комнатной температуре. Через 2 ч осадок сульфидов отфильтровывают на 2 фильтра средней плотности (белая лента) и промывают 6—7 раз водой. Фильтрат отбрасывают. Осадок на фильтре растворяют тремя порциями (по 10—15 см^3) горячей смеси соляной и азотной кислот (1:1), собирая раствор в стакан или колбу, в которых проводилось осаждение сульфидов. Фильтр промывают 3—4 раза горячей водой, присоединяя промывную жидкость к основному фильтрату. Далее поступают, как указано в пп. 3.3.2 или 3.3.4.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.2. Определение сурьмы с метиленовым голубым

К фильтрату приливают 6 см^3 серной кислоты, накрывают стакан (или колбу) часовым стеклом, выпаривают раствор до появления паров серной кислоты и охлаждают.

К содержимому стакана (или колбы) приливают 6 см^3 воды, нагревают до растворения солей и приливают 3 см^3 соляной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 1 см^3 раствора хлористого олова, перемешивают. Затем прибавляют 3 см^3 раствора азотистокислого натрия и, периодически перемешивая раствор, дают раствору стоять в течение 3 мин. Приливают 1 см^3 раствора мочевины, 1 см^3 ортофосфорной кислоты, перемешивают раствор и переносят его в делительную воронку вместимостью 250 см^3. К раствору приливают воды до объема 30 см^3, 0,5 см^3 раствора метиленового голубого, 30 см^3 хлороформа, после чего воронку энергично встряхивают 1 мин. Хлороформному и водному слоям дают отстояться в течение 30 с. Хлороформный слой отфильтровывают через вату, переносят в кювету с толщиной слоя 10 мм и измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при λ_{max} = 655 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 610 до 700 нм. В качестве раствора сравнения применяют хлороформ. Массу сурьмы находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

* Табл. 2. **(Исключена, Изм. № 2).**

3.3.3. Построение градуировочного графика с метиленовым голубым

В пять из шести стаканов (или колб) приливают последовательно 2, 5, 10, 15, 20 $см^3$ стандартного раствора В сурьмы. Шестой стакан служит для проведения контрольного опыта. Во все стаканы или колбы приливают по 30 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот, по 5 $см^3$ серной кислоты, накрывают стаканы (или колбы) часовыми стеклами, нагревают до полного растворения никеля, выпаривают до появления паров серной кислоты и охлаждают. К содержимому стаканов (или колб) добавляют по 50 $см^3$ воды, по 20 $см^3$ раствора винной кислоты и нагревают растворы в течение 10 мин. Далее поступают, как указано в пп. 3.3.1, 3.3.2.

Из значений оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта.

По найденным величинам оптической плотности и соответствующим им массам сурьмы строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3.4. К фильтрату приливают 5 $см^3$ серной кислоты, накрывают стакан или колбу часовым стеклом, выпаривают раствор до начала выделения паров серной кислоты и охлаждают.

К содержимому стакана или колбы добавляют 15 $см^3$ соляной кислоты (1:1), осторожно нагревают до растворения солей и охлаждают.

При массовой доле сурьмы от 0,0002 % до 0,001 % далее используют весь полученный раствор.

При массовой доле сурьмы от 0,001 % до 0,01 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, добавляют соляной кислоты (1:1) до метки и перемешивают. Аликвотную часть раствора, равную 20 $см^3$, помещают в стакан или колбу вместимостью 100—150 $см^3$, добавляют 3 $см^3$ серной кислоты, охлаждают.

К содержимому стакана или колбы, полученному в обоих случаях, приливают при перемешивании 1 $см^3$ двухлористого олова, 3 $см^3$ раствора азотистокислого натрия и, периодически перемешивая раствор, дают раствору стоять в течение 3 мин.

Приливают 1 $см^3$ раствора карбамида, перемешивают и переливают раствор в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$. К раствору приливают 50—60 $см^3$ воды (до объема водной фазы 80—90 $см^3$), 15 капель (0,5 $см^3$) раствора бриллиантового зеленого, 10 $см^3$ толуола, после чего воронку энергично встряхивают 1 мин. Толуольному и водному слоям дают отстояться в течение 30 с, водный слой сливают, а толуольный отфильтровывают через вату в сухую мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, закрывают стеклянной пробкой со шлифом и через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора в кювете с толщиной слоя 10 мм на спектрофотометре при λ = = 640 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область светопропускания в интервале длин волн от 610 до 700 нм. В качестве раствора сравнения используют толуол. Массу сурьмы находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

3.3.5. Построение градуировочного графика с бриллиантовым зеленым

В пять из шести стаканов или колб приливают последовательно 1, 2, 4, 6, 8 $см^3$ стандартного раствора В сурьмы. Шестой стакан или колба служит для проведения контрольного опыта. Во все стаканы или колбы добавляют по 30 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот, по 5 $см^3$ серной кислоты, накрывают стаканы или колбы часовыми стеклами, выпаривают до появления паров серной кислоты и охлаждают. К содержимому стаканов или колб добавляют по 50 $см^3$ воды, по 20 $см^3$ раствора винной кислоты и нагревают растворы в течение 10 мин. Далее поступают, как указано в пп. 3.3.1, 3.3.4.

Из значений оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта.

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

3.3.4, 3.3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100,$$

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

m_1 — масса навески сплава или масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (при доверительной вероятности 0,95) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 3б.

3.4.1, 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. ИНВЕРСИОННО-ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ В СПЛАВАХ, НЕ СОДЕРЖАЩИХ ВОЛЬФРАМ

4.1. Сущность метода

Метод основан на предварительном концентрировании сурьмы на стационарном ртутном капельном электроде или поверхности ртутно-графитового электрода при потенциале минус 0,45 В в растворе 1 моль/дм^3 соляной кислоты с последующей регистрацией тока анодного растворения сурьмы при потенциале минус 0,15 В по отношению к донной ртути.

Сурьму предварительно отделяют экстракцией хлороформом в среде 4 моль/дм^3 серной и 1 моль/дм^3 соляной кислот в виде комплексного соединения гексахлорантимоната с метиленовым голубым.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного тока или осциллографический, или постоянного тока.

Ячейка полярографическая с анодом донной ртутью.

Стационарный ртутный капельный электрод любой конструкции, обеспечивающий требуемую точность воспроизводимости аналитического сигнала.

Или твердый электрод ($S \approx 4$ мм^2) из графитосодержащего материала любого способа изготовления, используемый в режиме ртутно-графитового, обеспечивающий требуемую точность воспроизводимости аналитического сигнала.

Ртуть марки Р0 и Р00 по ГОСТ 4658, не содержащая влаги.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:5 и раствор 1 моль/дм^3.

Кислота азотная по ГОСТ 11125 и разбавленная 1:15.

Кислота серная по ГОСТ 14262 и разбавленная 1:4 и 1:10.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Олово двухлористое, раствор 25 г/100 см^3 в соляной кислоте 1:5.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 10 г/100 см^3.

Карбамид (мочевина) по ГОСТ 6691, раствор 50 г/100 см^3.

Метиленовый голубой, водный раствор 0,1 г/100 см^3.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Гидразин солянокислый по ГОСТ 22159.

Натрий фосфорноватистокислый (гипофосфит натрия) по ГОСТ 200, раствор 50 г/100 см^3.

Ртуть (II) азотнокислая окисная по ГОСТ 4520, раствор 0,1 г/100 см^3: 0,1 г азотнокислой ртути растворяют в 80 см^3 азотной кислоты (1:15). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Сурьма марок Су00, Су000, Су0000, Су00000 по ГОСТ 1089.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А: 0,10 г сурьмы растворяют в 20 см^3 серной кислоты при нагревании и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, содержащую 400 см^3 серной кислоты (1:4). Раствор охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 стандартного раствора А содержит 0,0001 г сурьмы.

Раствор Б: 10 см^3 стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают серной кислотой (1:10) до метки и перемешивают, готовят непосредственно перед использованием.

1 см^3 стандартного раствора Б содержит 0,00001 г сурьмы.

Раствор В: 2,5 см^3 стандартного раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают водой до метки и перемешивают, готовят непосредственно перед использованием.

1 см^3 стандартного раствора В содержит 0,0000005 г сурьмы.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску сплава массой 0,25 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 15 см^3 соляной кислоты, 5 см^3 азотной кислоты и 6 см^3 серной кислоты, стакан накрывают часовым стеклом и растворяют навеску при умеренном нагревании. Раствор выпаривают до начала выделения паров серной кислоты, охлаждают. К содержимому стакана приливают 6 см^3 воды, нагревают до растворения солей и приливают 3 см^3 соляной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 1—2 см^3

двухлористого олова до полного восстановления железа (III), 2—4 см^3 раствора азотистокислого натрия до исчезновения бурой окраски раствора, через 3 мин добавляют 2 см^3 насыщенного раствора карбамида и 1 см^3 ортофосфорной кислоты. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3, добавляют воду до объема 30 см^3, 10 капель (0,5 см^3) раствора метиленового голубого, перемешивают, добавляют 30 см^3 хлороформа, после чего воронку с содержимым энергично встряхивают в течение 1 мин. Органическому и водному слоям дают отстояться в течение 30 с. Хлороформный слой сливают в стакан, где проводилось растворение навески образца, добавляют 2 см^3 серной кислоты, 5 см^3 азотной кислоты и выпаривают до выделения паров серной кислоты, охлаждают, обмывают стенки стакана водой и выпаривают раствор до влажных солей.

Затем добавляют 2,5 см^3 соляной кислоты, 5 см^3 воды, нагревают под стеклом до растворения солей, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, разбавляя водой до 15—20 см^3.

При работе со стационарным ртутным капельным электродом в мерную колбу добавляют 2 см^3 раствора гипофосфита натрия, доливают водой до метки и перемешивают.

В полярографическую ячейку приливают 20—25 см^3 раствора 1 моль/дм^3 соляной кислоты, предварительно продутые азотом в течение 5 мин, добавляют аликвотную часть исследуемого раствора в соответствии с табл. 3а и раствор перемешивают, включая мешалку

Таблица 3а*

Массовая доля сурьмы, %	Объем аликвотной части раствора, см^3	Масса навески образца, соответствующая аликвотной части раствора, г
От 0,0001 до 0,0005 включ.	2	0,02
Св. 0,0005 » 0,0025 »	1	0,01
» 0,0025 » 0,0050 »	0,5	0,005

Устанавливают на полярографе потенциал минус 0,45 В и проводят электролиз в течение 2 мин в перемешиваемом растворе. По окончании времени накопления прекращают перемешивание, дают раствору успокоиться 15 с и регистрируют анодную поляризационную кривую при линейно изменяющемся потенциале электрода от минус 0,45 В до минус 0,05 В. Максимальный ток сурьмы наблюдают при потенциале минус 0,15 В относительно донной ртути. Для каждого измерения получают новую каплю ртути.

При работе с ртутно-графитовым электродом.

Непосредственно перед полярографированием добавляют в мерную колбу 0,5 г гидразин-хлорида и кипятят на водяной бане в течение 1—2 мин. Затем раствор охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

В полярографическую ячейку приливают 20—25 см^3 соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3, предварительно продутые азотом в течение 5 мин, добавляют 3—4 капли раствора азотнокислой ртути и аликвотную часть исследуемого раствора (таблица 3а) в зависимости от предполагаемой массовой доли сурьмы в анализируемом образце.

Устанавливают на полярографе потенциал минус 0,45 В и проводят концентрирование сурьмы на ртутно-графитовом электроде в непрерывно перемешиваемом растворе в течение 2 мин.

По окончании времени электроконцентрирования прекращают перемешивание и дают раствору успокоиться 15 с, после чего снимают анодную поляризационную кривую при линейно изменяющемся потенциале электрода от минус 0,45 В до плюс 0,2 В, регистрируя пик растворения сурьмы при потенциале минус 0,15 В. После каждого измерения проводят электрохимическую очистку электрода при потенциале плюс 0,2 В в перемешиваемом растворе в течение 30 с. Регистрацию поляризационных кривых повторяют три раза, первое измерение в расчетах не учитывается.

Чувствительность прибора выбирают так, чтобы высота регистрируемого пика была не менее 10 мм.

4.3.2. Массовую долю сурьмы при работе со стационарным ртутным капельным электродом рассчитывают по градуировочному графику.

Для построения градуировочного графика в стаканы (или колбы) вместимостью 250 см^3 приливают: 1, 2, 5 см^3 раствора В; 0,5, 1 см^3 раствора Б; по 15 см^3 соляной кислоты, 5 см^3 азотной кислоты, 6 см^3 серной кислоты и далее поступают как в п. 4.3.1.

Одновременно проводят контрольный опыт на содержание сурьмы в реактивах.

* Табл. 4. **(Исключена, Изм. № 2).**

Массовую долю сурьмы при работе с ртутно-графитовым электродом находят методом стандартных добавок.

Аликвотную часть стандартного раствора В добавляют в анализируемый раствор, перемешивают 30 с и далее проводят электроконцентрирование сурьмы как указано в п. 4.3.1.

Величину стандартной добавки выбирают так, чтобы высота пика сурьмы после добавления добавки увеличилась в 1,5—2 раза.

Одновременно проводят контрольный опыт на содержание сурьмы в реактивах.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю сурьмы (X) в процентах по методу добавок вычисляют по формуле

$$X = \frac{(h - h_1) \cdot V \cdot C \cdot 100}{(h_2 - h) \cdot m},$$

где h — высота пика сурьмы при полярографировании испытуемого раствора, мм;

h_1 — высота пика сурьмы при полярографировании раствора контрольного опыта, мм;

h_2 — высота пика сурьмы после введения в ячейку стандартной добавки, мм;

V — объем стандартной добавки, см^3;

C — массовая концентрация стандартного раствора, г/см^3;

m — масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

Массовую долю сурьмы (X) в процентах по градуировочному графику вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений при доверительной вероятности 0,95, указанных в табл. 3б.

Таблица 3б

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0001 до 0,0002 включ.	0,0001
Св. 0,0002 » 0,0005 »	0,0002
» 0,0005 » 0,001 »	0,0003
» 0,001 » 0,002 »	0,0005
» 0,002 » 0,005 »	0,001
» 0,005 » 0,01 »	0,002

Раздел 4. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.02.80 № 958**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 200—76	4.2	ГОСТ 5962—67	2.2, 3.2
ГОСТ 849—97	2.2	ГОСТ 6552—80	3.2, 4.2
ГОСТ 1089—82	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 6691—77	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2	ГОСТ 9293—74	4.2
ГОСТ 3760—79	3.2	ГОСТ 11125—84	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 4197—74	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 14261—77	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2	ГОСТ 14262—78	2.2, 3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2	ГОСТ 18300—87	2.2, 3.2
ГОСТ 4520—78	3.2, 4.2	ГОСТ 19522—74	3.2
ГОСТ 4658—73	4.2	ГОСТ 20015—88	3.2, 4.2
ГОСТ 5456—79	3.2	ГОСТ 22159—76	4.2
ГОСТ 5789—78	2.2	ГОСТ 24018.0—90	1.1
ГОСТ 5817—77	3.2	ГОСТ 24147—80	3.2

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

6. **ИЗДАНИЕ (август 2004 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1985 г., декабре 1990 г. (ИУС 4—86, 3—91)**

gost.e-ecolog.ru