МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения сурьмы

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственными техническими комитетами по стандартизации МТК 501 «Никель» и МТК 502 «Кобальт», АО «Институт Гипроникель»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 21 от 30 мая 2002 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	Грузстандарт
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 17 сентября 2002 г. № 334-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13047.12—2002 введен в действие в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.9—81, ГОСТ 741.16—80

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2006 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2002
© Стандартинформ, 2006

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения сурьмы

Nickel. Cobalt.
Methods for determination of antimony

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционный методы определения сурьмы при массовой доле от 0,0001 % до 0,0020 % в первичном никеле по ГОСТ 849, никелевом порошке по ГОСТ 9722 и кобальте по ГОСТ 123.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 123—98 Кобальт. Технические условия
ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4197—74 Натрий азотистокислый. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5789—78 Толуол. Технические условия
ГОСТ 6691—77 Карбамид. Технические условия
ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия
ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 13047.1—2002 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

3 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении работ — по ГОСТ 13047.1.

4 Спектрофотометрический метод

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении светопоглощения при длине волны 610 нм раствора комплексного соединения сурьмы с кристаллическим фиолетовым после предварительного экстракционного извлечения толуолом.

Издание официальное

4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающие проведение измерений в области длин волн 580—620 нм.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, 1:19.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, при необходимости по ГОСТ 14261, разбавленная 3:1, 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор массовой концентрации 0,1 г/см^3.

Олово двухлористое по [1], раствор массовой концентрации 0,1 г/см^3 в соляной кислоте, разбавленной 3:1.

Кристаллический фиолетовый по [2], раствор массовой концентрации 0,002 г/см^3.

Карбамид по ГОСТ 6691, раствор массовой концентрации 0,5 г/см^3.

Толуол по ГОСТ 5789, при необходимости очищенный перегонкой.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Растворы сурьмы известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации сурьмы 0,0001 г/см^3: в стакан вместимостью 600 см^3 помещают навеску сурьмы массой 0,1000 г, предварительно измельченной в порошок, приливают 15—20 см^3 серной кислоты, растворяют при нагревании; раствор охлаждают, приливают 200—250 см^3 воды, вновь охлаждают, приливают 150 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации сурьмы 0,00001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора А и доливают до метки раствором соляной кислоты, разбавленной 1:1.

Раствор В массовой концентрации сурьмы 0,000001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора Б и доливают до метки раствором соляной кислоты, разбавленной 1:1.

4.3 Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью 100 или 150 см^3 отбирают 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0; 20,0 см^3 раствора В, приливают соляную кислоту, разбавленную 1:1, до объема 25 см^3, к раствору прибавляют 2—3 капли раствора двухлористого олова и поступают, как указано в 4.4.2.

Масса сурьмы в растворах для построения градуировочного графика составляет 0,000001; 0,000003; 0,000005; 0,000007; 0,000010; 0,000020 г.

По значениям светопоглощения растворов и соответствующим им массам сурьмы строят градуировочный график с учетом значения светопоглощения раствора, подготовленного без введения раствора сурьмы.

4.4 Проведение анализа

4.4.1 В стакан или колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой 1,000 г, приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, выпаривают до объема 5—10 см^3, охлаждают и приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 25 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют соли при нагревании и охлаждают раствор.

4.4.2 К раствору прибавляют 2—3 капли раствора двухлористого олова, выдерживают 1 мин, приливают 2 см^3 раствора азотнокислого натрия, выдерживают 5 мин, приливают 25 см^3 воды, 2 см^3 раствора карбамида, перемешивают раствор до прекращения выделения пузырьков газа и переводят раствор в делительную воронку вместимостью 250 см. Доливают воду до 130 см^3, приливают 1,0 см^3 раствора кристаллического фиолетового, 10 см^3 толуола и встряхивают воронку 30 с. Водную фазу переносят в другую делительную воронку вместимостью 250 см^3, а органическую фазу переводят в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Повторяют экстракцию с новой порцией толуола, водную фазу отбрасывают, а органическую переводят в ту же мерную колбу.

Измеряют светопоглощение раствора через 10—15 мин на спектрофотометре при длине волны 610 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн 580—620 нм, используя в качестве раствора сравнения толуол.

Массу сурьмы в растворе пробы находят по градуировочному графику.

4.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю сурьмы в пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(M_x - M_к)}{M} 100, \quad (1)$$

где M_x — масса сурьмы в растворе пробы, г;

$M_к$ — масса сурьмы в растворе контрольного опыта, г;

M — масса навески пробы, г.

4.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

Массовая доля сурьмы	Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений d_2	Допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений d_3	Допускаемые расхождения двух результатов анализа D	Погрешность метода анализа Δ
0,00010	0,00005	0,00006	0,00010	0,00007
0,00020	0,00008	0,00010	0,00016	0,00011
0,00030	0,00010	0,00012	0,00020	0,00014
0,00050	0,00015	0,00018	0,00030	0,00021
0,00100	0,00020	0,00024	0,00040	0,00028
0,0020	0,0003	0,0004	0,0006	0,0004

5 Атомно-абсорбционный метод

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 217,7 нм резонансного излучения атомами сурьмы, образующимися в результате атомизации раствора пробы.

5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр, обеспечивающий проведение измерений с электротермической атомизацией, коррекцию неселективного поглощения и автоматизированную подачу раствора в атомизатор.

Лампа с полым катодом для возбуждения спектральной линии сурьмы.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Фильтры обеззоленные по [3] или другие средней плотности.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, 1:9, 1:19.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля с установленной массовой долей сурьмы не более 0,0001 %.

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта с установленной массовой долей сурьмы не более 0,0001 %.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Растворы сурьмы известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации сурьмы 0,0001 г/см^3 готовят, как указано в 4.2.

Раствор Б массовой концентрации сурьмы 0,00001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора А и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Раствор В массовой концентрации сурьмы 0,000001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора Б и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

5.3 Подготовка к анализу

5.3.1 Для градуировочного графика 1 при определении массовых долей сурьмы не более 0,0010 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3 помещают навески массой 1,000 г проб никелевого порошка или кобальта или стандартного образца состава никеля или кобальта с установленной массовой долей сурьмы. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт. Навески растворяют при нагревании в 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят 2—3 мин. При использовании никелевого порошка

растворы фильтруют через фильтры (красная или белая лента), предварительно промытые 2—3 раза азотной кислотой, разбавленной 1:9; фильтры промывают 2—3 раза горячей водой. Растворы выпаривают до объема 5—7 $см^3$, приливают 40—50 $см^3$ воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$.

В колбы отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 $см^3$ раствора В, в колбу с раствором контрольного опыта раствор сурьмы не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса сурьмы в растворах для градуировки составляет 0,000001; 0,000002; 0,000004; 0,000006; 0,000008; 0,000010 г.

5.3.2 Для градуировочного графика 2 при определении массовых долей сурьмы свыше 0,0010 % в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ отбирают по 20 $см^3$ раствора контрольного опыта, подготовленного, как указано в 5.3.1, вводят 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 $см^3$ раствора В, в одну из колб с раствором контрольного опыта раствор сурьмы не вводят, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса сурьмы в растворах для градуировки указана в 5.3.1.

5.4 Проведение анализа

В стакан или колбу вместимостью 250 $см^3$ помещают навеску пробы массой 1,000 г, приливают 15—20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, выпаривают до объема 5—7 $см^3$, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой.

При массовой доле сурьмы свыше 0,0010 % в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отбирают аликвотную часть объемом 20 $см^3$, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и растворов для градуировки при длине волны 217,6 мм, ширине щели не более 0,3 нм с коррекцией неселективного поглощения в токе аргона не менее двух раз, последовательно вводя их в атомизатор. В зависимости от типа спектрофотометра подбирают оптимальный объем раствора, вводимый в атомизатор, от 0,010 до 0,050 $см^3$ или оптимальное время аэрозольного распыления раствора от 5 до 50 с. Промывают систему водой, проверяют нулевую точку и стабильность градуировочного графика. Для проверки нулевой точки используют раствор соответствующего контрольного опыта, подготовленный, как указано в 5.3.

Подбор оптимальных температурных режимов для атомизатора проводят индивидуально для применяемого спектрофотометра по растворам для градуировки. Рекомендуемые условия работы атомизатора указаны в таблице 2.

Таблица 2 — Условия работы атомизатора

Наименование стадии	Температура, °С	Время, с
Сушка	150—160	2—20
Озоление	600—900	10—20
Атомизация	2000—2100	4—5

По значениям абсорбции растворов для градуировки и соответствующим им массам сурьмы строят градуировочные графики.

По значению абсорбции раствора пробы находят массу сурьмы по соответствующему градуировочному графику.

5.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю сурьмы в пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{M_x}{M} K\,100, \qquad (2)$$

где M_x — масса сурьмы в растворе пробы, г;

M — масса навески пробы, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы.

5.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 3.

Таблица 3 — Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

Массовая доля сурьмы	Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений d_2	Допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений d_3	Допускаемые расхождения двух результатов анализа D	Погрешность метода анализа Δ
0,00010	0,00003	0,00004	0,00006	0,00004
0,00020	0,00004	0,00005	0,00008	0,00006
0,00030	0,00005	0,00006	0,00010	0,00007
0,00050	0,00007	0,00008	0,00014	0,00010
0,00100	0,00012	0,00014	0,00024	0,00017
0,00200	0,00020	0,00024	0,00040	0,00028

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-09-5393—88 Олово (II) хлорид 2-водное (олово двухлористое)
[2] ТУ 6-09-5924—89 Кристаллический фиолетовый
[3] ТУ 6-09-1678—95* Фильтры обеззоленные (красная, белая, синяя ленты)

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.06:006.354 МКС 77.120.40 В59 ОКСТУ 1732

Ключевые слова: никель, кобальт, сурьма, химический анализ, массовая доля, средства измерений, реактив, проба, градуировочный график, результат анализа, погрешность, нормативы контроля

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 13.03.2006. Формат 60 × 84$^{1}/_{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,65. Тираж 29 экз. Зак. 91. С 2583

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано во ФГУП «Стандартинформ»

gost.e-ecolog.ru