УДК 669.25 : 546.86.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОБАЛЬТ

Метод определения сурьмы

COBALT
Method for the determination of antimony

ГОСТ 741.16—80

Взамен
ГОСТ 741.16—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 января 1980 г. № 48 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения сурьмы (при массовой доле сурьмы от 0,0001 до 0,002%).

Метод основан на экстракции толуолом окрашенного комплексного соединения сурьмы с кристаллическим фиолетовым и измерении оптической плотности экстракта.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 741.0—80.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1 и 1 : 3.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—78, 10%-ный свежеприготовленный раствор в соляной кислоте 1 : 1.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, свежеприготовленный, 10%-ный раствор.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, насыщенный свежеприготовленный раствор.

Кристаллический фиолетовый, 0,2%-ный раствор.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Сурьма по ГОСТ 1089—73.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А: 0,1 г измельченной в порошок сурьмы растворяют при нагревании в 20 мл серной кислоты. Раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 л и доливают объем раствора до метки колбы серной кислотой, разбавленной 1 : 3.

1 мл раствора А содержит 0,1 мг сурьмы.

Раствор Б: 10 мл раствора А разбавляют соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, до 100 мл в мерной колбе.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг сурьмы.

Раствор В: 10 мл раствора Б разбавляют соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, до 100 мл в мерной колбе.

1 мл раствора В содержит 0,001 мг сурьмы. Раствор готовят в день применения.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску кобальта массой 1 г растворяют при нагревании в 20—25 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выпаривают раствор до 5—7 мл, после чего приливают 7—10 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и осторожно нагревают раствор до выделения паров серного ангидрида, а затем до удаления свободной серной кислоты. Охлаждают, растворяют соли в 25 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, при слабом нагревании, снова охлаждают раствор, прибавляют 2—3 капли раствора двухлористого олова, выдерживают 1 мин, приливают 2 мл азотистокислого натрия и еще выдерживают 5 мин, после чего приливают 25 мл воды, 2 мл раствора мочевины, взбалтывают раствор до прекращения выделения пузырьков азота и переносят его в делительную воронку вместимостью 250 мл. Затем доливают водой до 130 мл, быстро прибавляют 1 мл раствора кристаллического фиолетового и 10 мл толуола, встряхивают воронку 30 с, органический слой сливают в сухой стакан, а водную фазу переносят в другую делительную воронку вместимостью 250 мл и повторяют экстракцию с новой порцией толуола.

Органические фазы объединяют, переводят в мерную колбу вместимостью 25 мл и доливают до метки толуолом. Оптическую плотность экстракта измеряют через 10—15 мин на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (область светопропускания 610 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм). В качестве раствора сравнения используют толуол. Одновременно проводят контрольный опыт. Величину оптической плотности контрольного опыта вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора. Содержание сурьмы находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью 200 мл отбирают последовательно 1; 3; 5; 7; 10; 20 мл стандартного раствора В, что соответствует 0,001; 0,003; 0,005; 0,007; 0,01; 0,02 мг сурьмы. В каждый стакан доливают столько соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, чтобы суммарный объем раствора был равен 25 мл. Далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

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 кобальта, г.

4.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля сурьмы, %	Допускаемые расхождения, отн. %
От 0,0001 до 0,0005	15
Св. 0,0005 „ 0,002	10

Изменение № 1 ГОСТ 741.16—80 Кобальт. Метод определения сурьмы

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.01.86 № 55 срок введения установлен

с 01.07.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 741.0—80 на ГОСТ 741.1—80.

Раздел 2. Заменить слова: «10 %-ный свежеприготовленный раствор» на «свежеприготовленный раствор 100 г/$дм^3$», «свежеприготовленный, 10 %-ный раствор» на «свежеприготовленный раствор 100 г/$дм^3$», «0,2 %-ный раствор» на «раствор 2 г/$дм^3$».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «пузырьков азота» на «пузырьков окислов азота».

Пункт 3.2 после слова «последовательно» дополнить значением: 0; после слова «соответствует» дополнить значением: 0,0.

(Продолжение см. с. 88)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.16—80)

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0001 до 0,0002 включ.	0,00005
Св. 0,0002 » 0,0004 »	0,00009
» 0,0004 » 0,0008 »	0,00015
» 0,0008 » 0,0015 »	0,0002
» 0,0015 » 0,002 »	0,0004

(ИУС № 5 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 741.16—80 Кобальт. Метод определения сурьмы

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Вводная часть. Второй абзац изложить в новой редакции: «Метод основан на измерении светопоглощения комплексного соединения пятивалентной сурьмы с кристаллическим фиолетовым при длине волны 610 нм после выделения комплекса экстракцией толуолом».

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа»;

второй, третий абзацы. Заменить слова: «разбавленная 1 : 1» на «раствор 1 : 1»;

четвертый абзац. Заменить слова: «разбавленная 1 : 1 и 1 : 3» на «раствор 1 : 1 и 1 : 3»;

заменить слова, значения и ссылку: «серной кислотой, разбавленной 1 : 3» на «раствором серной кислоты 1 : 3», «соляной кислотой, разбавленной 1 : 1» на «раствором соляной кислоты 1 : 1»; 0,1 мг на $1 \cdot 10^{-4}$ г; 0,01 мг на $1 \cdot 10^{-5}$ г; 0,001 мг на $1 \cdot 10^{-6}$ г; ГОСТ 1089—73 на ГОСТ 1089—82;

исключить ссылку: ГОСТ 36—78.

(Продолжение см. с. 56)

Раздел 3 изложить в новой редакции «**3. Проведение анализа**

3.1. Навеску кобальта массой 1,0000 г растворяют при нагревании в 20—25 см³ раствора азотной кислоты 1 · 1, выпаривают раствор до объема 5—7 см³, приливают 7—10 см³ раствора серной кислоты 1 : 1, нагревают до выделения паров серного ангидрида, а затем до удаления свободной серной кислоты. Охлаждают, растворяют соли в 25 см³ раствора соляной кислоты при температуре 60 °С, охлаждают, затем приливают 2 см³ раствора азотисто-кислого натрия, через 5 мин приливают 25 см³ воды, 2 см³ мочевины, взбалтывают раствор до прекращения выделения оксидов азота и переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³. Доливают водой до объема 130 см³, тотчас приливают 1 см³ раствора кристаллического фиолетового и 10 см³ толуола. Экстрагируют в течение 30 с. После расслоения органический слой сливают в мерную колбу вместимостью 25 см³. Экстракцию повторяют, органические фазы объединяют и доливают до метки толуолом.

Через 10—15 мин измеряют светопоглощение экстракта при длине волны 610 нм.

Массу сурьмы в анализируемом растворе находят по градуировочному графику с поправкой на массу сурьмы в растворе контрольного опыта.

(Продолжение см. с. 57)

3.2. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью 250 см³ отбирают 0; 1,00; 3,00; 7,00; 10,00; 20,00 см³ стандартного раствора В, что соответствует (0; 0,001; 0,003; 0,005; 0,007; 0,010; 0,020) · 10^{-3} г сурьмы. В каждый стакан доливают раствор соляной кислоты 1 : 1 до объема 25 см³. Далее проводят анализ, как указано в разд. 3.

По полученным значениям светопоглощения и соответствующим им массам сурьмы строят градуировочный график с поправкой на значение светопоглощения градуировочного раствора, не содержащего сурьмы».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (d), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (D), не должны превышать значений, приведенных в таблице.

(Продолжение см. с. 58)

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	*D*
От 0,00010 до 0,00020 включ.	0,00005	0,00007
Св. 0,00020 » 0,00040 »	0,00008	0,00010
» 0,0004 » 0,0008 »	0,0001	0,0001
» 0,0008 » 0,0015 »	0,0002	0,0002
» 0,0015 » 0,0020 »	0,0004	0,0004

(ИУС № 2 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru