УДК 669.35'779:546.86.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МЕДНО-ФОСФОРИСТЫЕ

Метод определения содержания сурьмы

Alloy copper-phosphorus.
Method for the determination
of antimony content

ГОСТ 6674.3—74*

Взамен ГОСТ 6674—53 в части разд. IV

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 декабря 1974 г. № 2798 срок введения установлен

с 01.01.76

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения сурьмы (при массовой доле от 0,001 до 0,2 %).

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного в желтый цвет раствора комплексного соединения, образованного ионами трехвалентной сурьмы с иодидом калия. Определению сурьмы мешают ионы висмута.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 6674.1—74.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:3.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

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

Олово по ГОСТ 860—75.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77.

Жидкость промывная: 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 10 г азотнокислого аммония растворяют в 1 $дм^3$ воды.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор 200 г/$дм^3$.

Сурьма марки Су00 по ГОСТ 1089—82.

Стандартный раствор сурьмы: 0,1 г сурьмы растворяют при нагревании в 50 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, содержащую небольшое количество воды, доливают 175 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают, доводят до метки и перемешивают.

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

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, раствор 100 г/$дм^3$.

Формалин по ГОСТ 1625—89.

Дифениламин по ТУ 6-09-5467—90, раствор 10 г/$дм^3$ в концентрированной серной кислоте.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207—75, раствор 30 г/$дм^3$.

Раздел 2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

**Переиздание (октябрь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1980 г., июле 1985 г., апреле 1990 г. (ИУС 2—81, 10—85, 8—90)*

gost.e-ecolog.ru

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава массой 10 г помещают в стакан вместимостью 300—400 см^3, прибавляют около 0,03 г олова и растворяют при нагревании в 50 см^3 концентрированной азотной кислоты.

После растворения навески и удаления окислов азота кипячением прибавляют горячей воды до 100—200 см^3 фильтробумажной массы небольшое количество и выдерживают в теплом месте 30—40 мин.

Осадок отфильтровывают через плотный фильтр «синяя лента» и промывают горячей промывной жидкостью до полного удаления меди (контроль по реакции с железистосинеродистым калием).

Фильтр с осадком метаоловянной и метасурьмяной кислот, хорошо отмытый от солей меди, помещают в тот же стакан, в котором производилось растворение навески.

Затем приливают 35—40 см^3 концентрированной азотной кислоты, 30 см^3 концентрированной серной кислоты и нагревают на песчаной бане до появления паров серного ангидрида.

Раствор охлаждают, осторожно обмывают стенки стакана водой, прибавляют 2—3 см^3 формалина и вновь выпаривают до появления паров ангидрида серной кислоты (контроль полноты удаления окислов азота по реакции с дифениламином в серной кислоте). Если раствор окрашен в коричневый цвет, прибавляют несколько капель пероксида водорода до исчезновения окраски раствора и кипятят 1 мин для разрушения пероксида водорода, затем охлаждают.

При массовой доле сурьмы менее 0,005 % используют весь раствор, при массовой доле сурьмы свыше 0,005 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки. Аликвотную часть раствора или весь раствор (см. табл. 1а) переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 3 см^3 ортофосфорной кислоты, 15 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:3, 5 см^3 тиомочевины, 5 см^3 йодистого калия и доводят до метки серной кислотой, разбавленной 1:3, затем перемешивают и сразу же после перемешивания измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 420—430 нм в кюветс с толщиной слоя 50 мм.

Таблица 1а

Массовая доля сурьмы, %	Объем аликвотной части раствора, см^3
От 0,001 до 0,005 включ.	Весь раствор
Св. 0,005 » 0,025 »	20
» 0,025 » 0,05 »	10
» 0,05 » 0,2 »	2

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, содержащий все реактивы, как в анализируемой пробе.

Количество сурьмы в растворе в граммах определяют по градуировочному графику. Из значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают среднее значение оптической плотности раствора контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 наливают последовательно 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного раствора сурьмы.

В растворы добавляют 3 см^3 ортофосфорной кислоты, 10—15 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:3, 5 см^3 тиомочевины и 5 см^3 йодистого калия, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:3, и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре, как указано в п. 3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий сурьмы.

По полученным данным строят градуировочный график, по оси абсцисс которого откладывают соответствующую аликвотной части раствора массу фосфора, по оси ординат — значение оптической плотности раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

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 — навеска сплава, соответствующая аликвотной части пробы, г.

При наличии в анализируемом сплаве висмута по данному методу определяется суммарная массовая доля сурьмы и висмута. В этом случае сурьму определяют по разности результатов анализа, полученных по настоящему стандарту и ГОСТ 6674.4—74.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности P=0,95 приведены в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,003	0,0004
Св. 0,003 до 0,01	0,0006
» 0,01 » 0,03	0,002
» 0,03 » 0,09	0,004
» 0,09 » 0,2	0,008

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.3. Правильность результатов анализа контролируют методом добавок. В два стакана помещают по 1 $см^3$ стандартного раствора А. В каждый стакан добавляют навеску образца массой 10 г, близкого по составу анализируемому сплаву, но не содержащему сурьму. Содержание сурьмы определяют по пп. 3.1—3.2, 4.1—4.2.

За окончательный результат анализа с добавкой принимают среднее арифметическое результатов двух определений.

Результаты анализа считают правильными, если интервал полученных результатов единичных определений не превышает допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1, а средний результат определений отличается от добавки не более чем на половину допускаемых расхождений.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

gost.e-ecolog.ru