МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.776:546.86.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения сурьмы

ГОСТ 20996.9—82*

Selenium. Method of antimony determination

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. № 2481 дата введения установлена

01.07.83

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

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы (при массовой доле сурьмы 0,005—0,06 %).

Метод основан на реакции образования окрашенного комплексного соединения аниона $(SbCl_6)^-$ с кристаллическим фиолетовым в 1,5—2 н. растворе соляной кислоты, экстрагируемого толуолом, и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 608—610 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20996.0—82.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 3:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1, 1:3, 1:10.

Олово двухлористое 2-водное по НД, раствор 200 г/дм^3 в растворе соляной кислоты (3:1).

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор 100 г/дм^3.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, насыщенный раствор: растворяют 100 г мочевины в 100 см^3 горячей воды.

Кристаллический фиолетовый, раствор 2 г/дм^3 (допускается использование реактива квалификации ниже ч.д.а.).

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор 100 г/дм^3 в растворе соляной кислоты (3:1).

Сурьма по ГОСТ 1089—82.

Стандартные растворы сурьмы.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

** Издание (май 2000 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 3—88)*

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 2000

Раствор А: навеску сурьмы массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 150—200 см^3, приливают 20—25 см^3 серной кислоты, закрывают часовым стеклом (стеклянной пластинкой) и нагревают до растворения навески. Стекло (пластинку) снимают, раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки раствором серной кислоты (1:10) и перемешивают.

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

Раствор Б: отбирают 10 см^3 раствора А и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки раствором соляной кислоты (3:1) и перемешивают.

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

Раствор В: отбирают 10 см^3 раствора Б и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают раствором соляной кислоты (3:1) до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,001 мг сурьмы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску селена массой 0,5—2,0 г помещают в стакан вместимостью 150—200 см^3, приливают 15—25 см^3 азотной кислоты и упаривают раствор до объема 3—5 см^3. Прибавляют 5—10 см^3 серной кислоты (1:1) и выпаривают до паров серной кислоты. Охлаждают, обмывают водой стенки стакана и снова выпаривают до 3—5 см^3. После охлаждения приливают 20—25 см^3 раствора соляной кислоты (3:1), растворяют соли при слабом нагревании и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 или 100 см^3, доливают раствором соляной кислоты (3:1) до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 5 или 10 см^3 (или весь раствор в зависимости от массовой доли сурьмы) переносят в стакан вместимостью 100—250 см^3, прибавляют по каплям раствор хлористого олова до обесцвечивания раствора. Если анализируемый раствор бесцветный, то добавляют только 1—2 капли.

Затем приливают 1 см^3 азотистокислого натрия и дают раствору постоять 2 мин. После этого добавляют 1 см^3 мочевины и переводят полученный раствор в делительную воронку вместимостью 200 см^3, прибавляют 10—12 см^3 соляной кислоты (1:1) и доливают объем водой до 75—80 см^3.

В делительную воронку приливают 20—25 см^3 толуола, 1 см^3 кристаллического фиолетового и экстрагируют 1 мин. После расслоения органический слой отделяют, переводят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доливают объем до метки толуолом и через 15 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 608—610 нм и кювету толщиной поглощающего слоя 10 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Массу сурьмы находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов вместимостью по 100 см^3 помещают 0; 2,0; 5,0; 7,0 см^3 стандартного раствора В; 1,0; 2,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,002; 0,005; 0,007; 0,01 и 0,02 мг сурьмы, прибавляют 1 см^3 раствора хлорного железа, доливают раствором соляной кислоты (3:1) до объема 10 см^3 и далее проводят анализ, как указано в п. 3.1.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 V 100}{m V_1 1000},$$

где m_1 — количество сурьмы, найденное по градуировочному графику, мг;

V — объем мерной колбы, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески селена, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютное допустимое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений	полученных в лабораториях разных предприятий
От 0,05 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,030 »	0,003	0,005
» 0,030 » 0,060 »	0,006	0,009

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 24.07.2000. Усл. печ. л. 0,47.
Уч.-изд. л. 0,30. Тираж 103 экз. С 5574. Зак. 658.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

Изменение № 2 ГОСТ 20996.9—82 Селен технический. Метод определения сурьмы

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 72-П от 14.11.2014)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 10103

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AZ, AM, BY, KZ, KG, RU [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Стандарт дополнить разделами — 1а, 1б (перед разделом 1):

«1а. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ISO 1042—83, ISO 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотисто-кислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 6691—77 Реактивы. Карбамид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 20996.0—82 Селен технический. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ ИСО 5725-6—2002** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

1б. Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли сурьмы соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

---

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2015—09—01.

Таблица 1 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли сурьмы

В процентах

Диапазон измерений массовой доли сурьмы	Показатель точности ±Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,030 »	0,004	0,003	0,005
» 0,030 » 0,060 »	0,006	0,006	0,009

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 608—610 нм;
- весы специального класса точности по ГОСТ 24104;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1—100 ТХС, В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;
- стекло часовое;
- воронки делительные ВД-1-250 ХС по ГОСТ 25336.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:10 и 3:1;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1, 1:10;
- олово двухлористое 2-водное по [1], раствор массовой концентрации 200 г/дм^3 в соляной кислоте, разбавленной 3:1;
- натрий азотисто-кислый по ГОСТ 4197;
- мочевину по ГОСТ 6691;
- кристаллический фиолетовый по [2], раствор массовой концентрации 2 г/дм^3;
- толуол по ГОСТ 5789;
- железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3 в соляной кислоте, разбавленной 3:1;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- сурьму по ГОСТ 1089».

Стандарт дополнить разделом — 3а (перед разделом 3):

«3а. Подготовка к проведению измерений

3а.1. При приготовлении насыщенного раствора мочевины 100 г мочевины растворяют в 100 см^3 горячей воды.

3а.2. Для построения градуировочного графика готовят растворы сурьмы известной концентрации.

При приготовлении раствора А массовой концентрации сурьмы 0,1 мг/см^3 навеску сурьмы массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают от 20 до 25 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, закрывают часовым стеклом и нагревают до растворения навески. Стекло снимают, раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации сурьмы 0,01 мг/см^3 отбирают 10 см^3 раствора А и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1, и перемешивают.

При приготовлении раствора В массовой концентрации сурьмы 0,001 мг/см^3 отбирают 10 см^3 раствора Б и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1, и перемешивают.

3а.3. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов вместимостью 100 $см^3$ каждый помещают 0; 2,0; 5,0; 7,0 $см^3$ раствора В и 1,0; 2,0 $см^3$ раствора Б, что соответствует 0; 0,002; 0,005; 0,007; 0,01 и 0,02 мг сурьмы, приливают 1 $см^3$ раствора хлорного железа, доливают соляной кислотой, разбавленной 3:1 до объема 10 $см^3$, и далее выполняют в соответствии с 3.1».

Пункт 3.2 исключить.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции:

«4.2. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r, приведенных в таблице 1.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1)».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3:

«4.3. Абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, не должно превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1 (при доверительной вероятности $P = 0,95$. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6».

Стандарт дополнить элементом — «Библиография»:

«Библиография

[1] Технические условия ТУ 6-09-5393—88	Олово (II) хлорид 2-водное (олово двухлористое), чистый для анализа, чистый
[2] Технические условия ТУ 6-09-4119—75	Кристаллический фиолетовый, ("N,N,N,N,N,N"-гексаметилпарарозанилин хлористый), квалификации чистый для анализа».

(ИУС № 7 2015 г.)

gost.e-ecolog.ru