Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

Методы определения сурьмы

ГОСТ 1953.10—79

Tin bronze. Methods for the determination of stibium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы с кристаллическим фиолетовым (от 0,001 % до 0,6 %), экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы с бриллиантовым зеленым (от 0,2 % до 0,6 %) и атомно-абсорбционный метод определения сурьмы (от 0,001 % до 0,05 % и от 0,05 % до 0,6 %) в оловянных бронзах по ГОСТ 614 и ГОСТ 613.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1542—79.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ С КРИСТАЛЛИЧЕСКИМ ФИОЛЕТОВЫМ (от 0,001 % до 0,6 %)

2.1. Сущность метода

Метод включает выделение сурьмы с осаждением ее с оловянной кислотой, или с гидратированной двуокисью марганца, экстракцию пятивалентной сурьмы толуолом в виде гексахлоростибата кристаллического фиолетового и измерение оптической плотности экстракта.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Церий (IV) сернокислый, раствор 0,4 г/дм^3 в 0,25 моль/дм^3 серной кислоте.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/дм^3.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор 1 г/дм^3.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435, раствор 10 г/дм^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 7:3 и 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1 и 0,25 моль/дм^3 раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Олово двухлористое по НД, раствор 100 г/дм^3 в соляной кислоте, разбавленной 1:1.

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

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Мочевина по ГОСТ 6691, насыщенный раствор; готовят следующим образом: 100 г мочевины растворяют в 100 $см^3$ горячей воды.

Кристаллический фиолетовый, раствор 2 $г/дм^3$.

Толуол по ГОСТ 5789.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Сурьма по ГОСТ 1089, марки Су0 или Су00.

Стандартные растворы сурьмы. Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г сурьмы растворяют при нагревании в 50 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, добавляют 175 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 70 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, разбавляют до метки водой и перемешивают.

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

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867.

Промывная жидкость; готовят следующим образом: 10 г азотнокислого аммония растворяют в 200 $см^3$ воды с добавлением 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и разбавляют водой до 1 $дм^3$.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску бронзы (см. таблицу) помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, добавляют 5—10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании.

Массовая доля сурьмы, %	Масса навески, г	Объем раствора после разбавления, $см^3$	Объем аликвотной части, $см^3$	Навеска, соответствующая аликвотной части, г
От 0,001 до 0,005	0,5	10	Весь раствор	0,50
Св. 0,005 » 0,025	0,5	25	5	0,10
» 0,025 » 0,1	0,5	100	5	0,025
» 0,1 » 0,25	0,2	250	10	0,008
» 0,25 » 0,6	0,2	250	5	0,004

Раствор охлаждают, часовое стекло ополаскивают водой, добавляют воду до объема 50 $см^3$, прибавляют небольшое количество фильтробумажной массы и оставляют на 1—2 ч.

Осадок отфильтровывают на плотный фильтр, промывая стакан и осадок 10—12 раз промывной жидкостью.

Фильтр с осадком переносят в стакан, в котором производилось осаждение, прибавляют 10—15 $см^3$ концентрированной серной кислоты, 20—25 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и упаривают раствор до начала выделения белого дыма серной кислоты. Если раствор окрашен, добавляют еще 5—10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и повторяют выпаривание. Стакан охлаждают, стенки стакана ополаскивают водой и упаривают до получения влажных солей. После охлаждения к остатку добавляют 7 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 7:3, и нагревают до растворения. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100—150 $см^3$, ополаскивают стакан 3 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 7:3. При массовой доле сурьмы свыше 0,005 % раствор переносят в соответствующую мерную колбу (см. таблицу) и разбавляют до метки соляной кислотой, разбавленной 7:3. В этом случае отбирают аликвотную часть раствора в делительную воронку вместимостью 100—150 $см^3$ и доливают соляной кислотой, разбавленной 7:3, до 10 $см^3$, добавляют 1—2 капли раствора двухлористого олова до обесцвечивания раствора, перемешивают и оставляют на 1 мин. В делительную воронку добавляют 1 $см^3$ раствора азотистокислого натрия, воронку закрывают пробкой и встряхивают 2 мин.

Через 2 мин добавляют 1 $см^3$ раствора мочевины и перемешивают 30 с. Затем добавляют 70 $см^3$ воды, 10 капель раствора кристаллического фиолетового и перемешивают. Добавляют 25 $см^3$ толуола и экстрагируют в течение 1 мин. По другому варианту добавляют к 10 $см^3$ солянокислого раствора в делительной воронке 0,5 $см^3$ раствора церия (IV), перемешивают, через 1 мин добавляют 1 $см^3$ раствора солянокислого гидроксиламина, перемешивают и, спустя 1 мин, добавляют 60 $см^3$ воды. Раствор перемешивают, прибавляют 50 $см^3$ толуола, 10 капель раствора кристаллического фиолетового и экстрагируют 1 мин.

После разделения фаз нижний водный слой отбрасывают, а органический слой переливают в сухой стакан вместимостью 50 см^3, содержащий 0,3—0,5 г безводного сернокислого натрия.

Измеряют оптическую плотность экстракта на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной поглощающего слоя 2 см или на спектрофотометре при 610 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см. Раствором сравнения служит вода.

Примечание. В том случае, если анализ не будет закончен в течение дня, он может быть прерван после упаривания раствора с серной кислотой.

2.1—2.3.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3.1а. При осаждении сурьмы на гидроокиси марганца навеску бронзы (см. таблицу) помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 5—10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. После растворения раствор разбавляют водой до 100 см^3. Полученный раствор нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроокиси меди, не исчезающей во время перемешивания (pH 3 по универсальной индикаторной бумаге), добавляют пипеткой 0,5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, 1 см^3 раствора марганцовокислого калия и раствор нагревают почти до кипения. Затем добавляют 5 см^3 раствора сернокислого марганца и кипятят 2 мин (при массовой доле марганца в сплаве более 2 %, раствор сернокислого марганца не добавляют). Раствор оставляют на 1 ч при 30—40 °С, после чего выделившийся осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают 4—5 раз горячей азотной кислотой, разбавленной 1:100. Фильтр с осадком помещают в стакан, в котором производилось осаждение, добавляют 10—15 см^3 серной кислоты, 20—25 см^3 азотной кислоты и выпаривают раствор до густого белого дыма серной кислоты. Если оставшийся раствор окрашен, добавляют еще 5—10 см^3 азотной кислоты и повторяют выпаривание. После охлаждения стенки стакана ополаскивают водой и упаривают раствор до получения влажных солей, далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

(Введен дополнительно, Изм. № 1)

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В делительные воронки вместимостью по 150 см^3 вводят: 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см^3 раствора Б сурьмы и доливают соляной кислотой, разбавленной 7:3, до 10 см^3, добавляют 1—2 капли раствора двухлористого олова, перемешивают и оставляют на 1 мин. Затем добавляют 1 см^3 раствора азотистокислого натрия и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. 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 бронзы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	d, %	D, %	Массовая доля сурьмы, %	d, %	D, %
От 0,001 до 0,005 включ.	0,0005	0,0007	От 0,05 до 0,10 включ.	0,010	0,01
Св. 0,005 » 0,01 »	0,001	0,001	Св. 0,10 » 0,20 »	0,020	0,03
» 0,01 » 0,025 »	0,002	0,003	» 0,20 » 0,60 »	0,030	0,04
» 0,025 » 0,05 »	0,004	0,006			

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

2.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ С БРИЛЛИАНТОВЫМ ЗЕЛЕНЫМ (от 0,2 % до 0,6 %)

3.1. Сущность метода

Метод основан на экстракции толуолом окрашенного в сине-зеленый цвет гексахлоростибата бриллиантового зеленого и измерении оптической плотности экстракта. Метод позволяет определять сурьму на фоне всех компонентов бронзы без их предварительного отделения.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:5.

Смесь кислот; готовят следующим образом: смешивают три части концентрированной серной и одну часть концентрированной азотной кислот.

Олово двухлористое по НД, свежеприготовленный раствор, 100 г/дм^3 в соляной кислоте, разбавленной 1:1.

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

Мочевина по ГОСТ 6691, насыщенный раствор; готовят следующим образом: 100 г мочевины растворяют в 100 см^3 горячей воды.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Бриллиантовый зеленый, раствор 2 г/дм^3 в воде.

Толуол по ГОСТ 5789.

Сурьма по ГОСТ 1089, марки Су0 или Су00.

Стандартные растворы сурьмы. Раствор А; готовят следующим образом: 0,05 г сурьмы растворяют при нагревании в 25 см^3 концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1, и перемешивают. Раствор Б готовят в день применения.

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

3.3. Проведение анализа

3.3.1. 0,1 г бронзы помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 8 см^3 смеси кислот, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. После растворения навески часовое стекло ополаскивают водой и раствор упаривают до появления белого дыма серной кислоты. После охлаждения ополаскивают стенки стакана и часовое стекло небольшим количеством воды и повторяют выпаривание. К остатку осторожно приливают 20 см^3 соляной кислоты, разбавленной 3:1, растворяют соли и раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1, и перемешивают.

В делительную воронку вместимостью 100—150 см^3 отбирают 5 см^3 полученного раствора, добавляют две капли раствора двухлористого олова, перемешивают и оставляют на 1 мин. Затем вводят 1 см^3 раствора азотистокислого натрия, хорошо перемешивают и оставляют на 5 мин. После этого добавляют 1 см^3 раствора мочевины, перемешивают 30 с и разбавляют водой до 50 см^3. Затем вводят 1 см^3 раствора бриллиантового зеленого, 30 см^3 толуола и экстрагируют в течение 1 мин.

После раздела фаз нижний водный слой выбрасывают, а органический слой переливают в сухой стакан вместимостью 50 см^3, содержащий 0,3—0,5 г безводного сернокислого натрия. Через 10 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при 640 нм или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете 1 см. Раствором сравнения служит толуол.

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В делительные воронки вместимостью по 100 см^3 вводят 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 3,5 см^3 стандартного раствора Б сурьмы и доливают соляной кислотой, разбавленной 3:1, до 5 см^3. Затем добавляют две капли раствора двухлористого олова, перемешивают и оставляют на 1 мин. После этого вводят 1 см^3 раствора азотистокислого натрия и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. 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, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

3.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.3, 3.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ (от 0,001 % до 0,05 %)

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами сурьмы, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух после предварительного выделения сурьмы соосаждением ее с двуокисью марганца.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для сурьмы.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 1,5 моль/дм^3 раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:4 и 2,5 моль/дм^3 раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 1 моль/дм^3 раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Марганец азотнокислый по НД, раствор 20 г/дм^3.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/дм^3.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929.

Сурьма по ГОСТ 1089 с массовой долей сурьмы не менее 99,9 %.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,25 г сурьмы растворяют при нагревании в 10 см^3 концентрированной серной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доливают до метки 2,5 моль/дм^3 раствором серной кислоты.

1 см^3 раствора А содержит 0,0005 г сурьмы.

Раствор Б; готовят следующим образом:

10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки 2,5 моль/дм^3 раствором серной кислоты.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00005 г сурьмы.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. *Для бронз с массовой долей кремния менее 0,05 %*

Навеску бронзы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Окислы азота удаляют кипячением и раствор разбавляют водой до объема 50 см^3.

Добавляют 5 см^3 раствора азотнокислого марганца, раствор нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроокиси меди, добавляют 18 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и воды до объема 90 см^3. Раствор нагревают до кипения, добавляют 10 см^3 раствора марганцовокислого калия и кипятят в течение 2 мин. Через 30 мин осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают стакан и осадок 4—5 раз горячим 1,5 моль/дм^3 раствором азотной кислоты. Осадок с развернутого фильтра смывают водой в стакан, в котором проводили осаждение, фильтр промывают 10 см^3 горячего раство-

ра серной кислоты, разбавленной 1:4, содержащим несколько капель раствора перекиси водорода, а затем водой. Промытый фильтр отбрасывают, а раствор выпаривают до влажных солей. После охлаждения добавляют 8 см^3 1 моль/дм^3 раствора соляной кислоты; при массовой доле сурьмы менее 0,02 % раствор переносят в мерную колбу или градуированную пробирку вместимостью 10 см^3, при массовой доле сурьмы свыше 0,02 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и доливают до метки 1 моль/дм^3 раствором соляной кислоты. Измеряют атомную абсорбцию сурьмы в пламени ацетилен-воздух при длине волны 217,6 или 231,1 нм параллельно с градуировочными растворами.

4.3.2. *Для бронз, с массовой долей кремния свыше 0,05 %*

Навеску бронзы массой 2 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см^3 фтористоводородной кислоты. После растворения добавляют 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки чашки ополаскивают 20 см^3 воды, нагревают раствор, переносят в стакан вместимостью 250 см^3, доливают водой до объема 50 см^3, добавляют 5 см^3 раствора азотнокислого марганца и далее анализ ведут, как указано в п. 5.3.1.

4.3.3. *Построение градуировочного графика*

В семь из восьми стаканов вместимостью по 250 см^3 помещают 0,4; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора Б.

Во все стаканы добавляют воды до объема 50 см^3, добавляют по 5 см^3 раствора азотнокислого марганца и далее анализ ведут, как указано в п. 4.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация сурьмы, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем конечного раствора пробы, см^3;

m — масса навески, г.

4.1—4.4.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

4.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных экстракционно-фотометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

4.4.3, 4.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ (от 0,05 % до 0,6 %)

5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами сурьмы, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для сурьмы.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и 2 моль/дм^3 и 1 моль/дм^3 растворы.

Смесь кислот для растворения готовят следующим образом: объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Сурьма по ГОСТ 1089 с массовой долей сурьмы не менее 99,9 %.

Стандартный раствор сурьмы готовят следующим образом: 0,25 г сурьмы растворяют при нагревании в 10 см^3 серной кислоты, раствор охлаждают, разбавляют 2 моль/дм^3 раствором соляной кисло-

ты, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доливают до метки 2 моль/дм^3 раствором соляной кислоты.

1 см^3 раствора содержит 0,0005 г сурьмы.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 смеси кислот. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки 1 моль/дм^3 раствором соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию сурьмы в пламени ацетилен-воздух при длине волны 217,6 или 231,1 нм параллельно с градуировочными растворами.

5.3.2. *Построение градуировочного графика*

В девять из десяти мерных колб вместимостью по 100 см^3 помещают 0,4; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 14,0 см^3 стандартного раствора сурьмы и доливают до метки 2 моль/дм^3 раствором соляной кислоты. Измеряют атомную абсорбцию сурьмы, как указано в п. 5.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация сурьмы, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем конечного раствора пробы, см^3;

m — масса навески, г.

5.1—5.4.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.4.3. Расхождения результатов анализа, или двух результатов, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

5.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных любым из фотометрических методов, в соответствии с ГОСТ 25086.

5.4.3, 5.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10.10.79 № 3899

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1542—79

4. ВЗАМЕН ГОСТ 1953.10—74

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	2.4.3, 3.4.3, 4.4.4, 5.4.4	ГОСТ 4197—74	2.2, 3.2
ГОСТ 435—77	2.2	ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 613—79	Вводная часть	ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 5456—79	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2	ГОСТ 5789—78	2.2, 3.2
ГОСТ 1089—73	2.2, 3.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 6691—77	2.2, 3.2
ГОСТ 1953.1—79	1.1	ГОСТ 20490—75	2.2, 4.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 22867—77	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 4.2	ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.3, 3.4.3, 4.4.4, 5.4.4
ГОСТ 4166—76	2.2, 3.2		

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

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., августе 1990 г. (ИУС 6—83, 11—90)

gost.e-ecolog.ru