УДК 669.15'293-198 : 546.86.06 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОНИОБИЙ

Метод определения содержания сурьмы

ГОСТ 15933.16—70

Ferroniobium Method for the determination of antimony content

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 6/V 1970 г. № 626 срок введения установлен с 1/VII 1971 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на феррониобий и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания сурьмы (при содержании сурьмы от 0,001 до 0,10%).

Метод основан на экстракции бензолом или толуолом окрашенного в фиолетовый цвет комплексного соединения гексахлорантимоната $(SbCl_6)^-$ с кристаллическим фиолетовым. Сурьму предварительно выделяют на водной двуокиси марганца.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на феррониобий.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 15933.0—70.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—63.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67 и разбавленная 1 : 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435—67, 10%-ный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—65, 4%-ный раствор.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 и разбавленная 1 : 1.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—66, 10%-ный раствор

Кислота серная по ГОСТ 4204—66 и разбавленная 1 : 5.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—68, 10%-ный раствор; готовят следующим образом: 100 *г* хлористого олова растворяют при нагревании в 500 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и доливают до 1 *л* водой.

Мочевина по ГОСТ 6691—67, насыщенный раствор; готовят следующим образом: 100 *г* мочевины растворяют при нагревании в 100 *мл* воды.

Кристаллический фиолетовый, 0,2%-ный водный раствор.

Толуол по ГОСТ 5789—69.

Сурьма по ГОСТ 1089—62, марки СуО.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 *г* металлической сурьмы растворяют при слабом нагревании в 20 *мл* концентрированной серной кислоты, охлаждают, приливают осторожно 200 *мл* воды и 80 *мл* серной кислоты. После охлаждения переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 *л*, доливают до метки водой и перемешивают.

1 *мл* раствора А содержит 0,1 *мг* сурьмы.

Раствор Б; готовят следующим образом: 100 *мл* стандартного раствора А наливают в мерную колбу вместимостью 1 *л*, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1 : 10, и перемешивают. Раствор готовят в день применения.

1 *мл* раствора Б содержит 0,01 *мг* сурьмы.

Универсальная индикаторная бумага.

Платиновая чашка № 5 по ГОСТ 6563—58.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску ферониобия 1 *г* помещают в платиновую чашку, смачивают водой, приливают 5 *мл* фтористоводородной кислоты и осторожно, по каплям, избегая вспенивания, прибавляют концентрированную азотную кислоту до полного растворения навески. Если необходимо, то чашку подогревают до полного растворения навески. После растворения содержимое чашки смывают водой в стакан вместимостью 250—300 *мл*, раствор нейтрализуют разбавленным 1 : 1 аммиаком до выпадения осадка, который растворяют разбавленной 1 : 1 азотной кислотой, прибавляя ее до pH 2 по универсальной индикаторной бумаге. Затем раствор нагревают до кипения, приливают 10 *мл* 10%-ного раствора сернокислого марганца, 2 *мл* 4%-ного раствора марганцовокислого калия и кипятят в течение 7—10 *мин*. Осадок двуокиси марганца и метасурьмяной кислоты отфильтровывают через плотный фильтр и промывают 5—6 раз горячей водой. Промытый осадок

растворяют на фильтре горячей разбавленной 1 : 1 соляной кислотой, добавляя на фильтр несколько капель 10%-ного раствора азотистокислого натрия (для лучшего растворения двуокиси марганца). Фильтр промывают пять раз соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, и 3—5 раз водой, собирая основной раствор и промывные воды в стакан, в котором происходило осаждение. К раствору приливают 5 *мл* разбавленной 1 : 5 серной кислоты и выпаривают содержимое стакана до 7—10 *мл*. Если остаток в стакане будет иметь темный цвет, то прибавляют 7—10 капель азотной кислоты и снова выпаривают до появления паров серной кислоты. После охлаждения растворяют соли при нагревании в 10 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, приливают 1 *мл* 10%-ного раствора хлористого олова (для восстановления железа), перемешивают, приливают 1 *мл* 10%-ного раствора азотистокислого натрия (для окисления сурьмы) и оставляют раствор на 5 *мин*.

Затем раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100—200 *мл*, обмывают стенки стакана 10 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, приливают 1 *мл* насыщенного раствора мочевины для связывания избытка азотистокислого натрия, 1 *мл* 4%-ного раствора фтористого натрия и тщательно перемешивают. После этого приливают 40—50 *мл* воды быстро не перемешивая, прибавляют 10 капель 0,2%-ного раствора кристаллического фиолетового и 15,0 *мл* толуола или бензола, закрывают воронку пробкой и встряхивают в течение 1 *мин*. Толуольному слою дают отстояться, водный слой сливают через кран, а через верхнее отверстие воронки сливают толуольный слой в сухую пробирку и плотно закрывают ее пробкой.

Оптическую плотность экстракта измеряют на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (область светопропускания 610—660 *нм*) в кювете с толщиной слоя 20 *мм*.

В качестве раствора сравнения используют экстракт контрольного опыта.

3.1. Построение калибровочного графика

В колбы или стаканы вместимостью по 100 *мл* отмеривают пипеткой 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 *мл* стандартного раствора Б что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 *мг* сурьмы. В один стакан сурьму не прибавляют. Затем во все колбы прибавляют по 10 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, по 1 *мл* 10%-ного раствора хлористого олова, перемешивают и приливают по 1 *мл* 10%-ного раствора азотистокислого натрия, после чего оставляют растворы на 5 *мин*. Далее поступают, как указано в разд. 3. По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям сурьмы строят калибровочный график.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Содержание сурьмы (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g \cdot 100}{G \cdot 1000},$$

где:

g — количество сурьмы, найденное по калибровочному графику, в *мг*,

G — навеска, соответствующая аликвотной части раствора, взятой для колориметрирования, в *г*.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа не должны превышать величин, указанных в таблице.

Содержание сурьмы в %	Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа в абс %
От 0,001 до 0,002	0,0003
Св. 0,002 „ 0,005	0,0005
„ 0,005 „ 0,010	0,0010
„ 0,010 „ 0,020	0,0020
„ 0,020 „ 0,050	0,0050
„ 0,050 „ 0,10	0,0080

gost.e-ecolog.ru