Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения сурьмы

ГОСТ
15027.9—77

Non-tin bronze.
Methods for the determination of antimony

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы с кристаллическим фиолетовым (при массовой доле сурьмы от 0,001 % до 0,6 %), экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы с бриллиантовым зеленым (при массовой доле сурьмы от 0,1 % до 0,65 %) и атомно-абсорбционный метод определения сурьмы (при массовой доле сурьмы от 0,001 % до 0,05 % и от 0,05 % до 0,6 %) в бронзах безоловянных по ГОСТ 18175, ГОСТ 614 и ГОСТ 493.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ С КРИСТАЛЛИЧЕСКИМ ФИОЛЕТОВЫМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на экстракции пятивалентной сурьмы толуолом в виде гексахлорстибата кристаллического фиолетового и измерении оптической плотности экстракта после выделения сурьмы соосаждением ее с двуокисью марганца и растворения осадка в соляной кислоте.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

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

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 1:5 и раствор 0,25 моль/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1.

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

Марганец сернокислый по ГОСТ 435, раствор 50 г/дм^3.

Олово двухлористое ТУ 6—09—5384, 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.

Кристаллический фиолетовый, раствор 2 г/дм^3.

Толуол по ГОСТ 5789.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

gost.e-ecolog.ru

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

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

Сурьма по ГОСТ 1089 марки Су00.

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, приливают 175 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

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

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску бронзы массой, указанной в табл. 1, растворяют при нагревании в 5—10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, в стакане вместимостью 250 см^3, накрытом часовым стеклом. Раствор охлаждают, часовое стекло ополаскивают водой. Раствор разбавляют водой до объема 50 см^3. При анализе кремнистой бронзы навеску сплава 0,5 г помещают в платиновую чашку, прибавляют 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, 2 см^3 фтористоводородной кислоты и нагревают до растворения. После охлаждения стенки чашки обмывают небольшим количеством воды, добавляют 3 см^3 концентрированной серной кислоты и выпаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, обмывают стенки небольшим количеством воды и повторяют выпаривание до начала выделения белого дыма серной кислоты. После охлаждения растворяют соли в 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, переводят раствор в стакан вместимостью 250 см^3 и разбавляют водой до объема 50 см^3, далее (для обычной и для кремнистой бронзы) полученный раствор нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроокиси меди, не исчезающего во время перемешивания, и добавляют пипеткой 0,5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, затем добавляют 1 см^3 раствора марганцовокислого калия, стакан накрывают часовым стеклом и раствор нагревают почти до кипения. Затем добавляют 1 см^3 раствора сернокислого марганца и кипятят 2 мин. Раствор оставляют на 1 ч, после чего осадок отфильтровывают на плотный фильтр, промывая стакан и осадок 4—5 раз горячей азотной кислотой, разбавленной 1:100, до исчезновения окраски азотнокислой меди.

Фильтр с осадком переносят в стакан, в котором проводилось осаждение, прибавляют 10—15 см^3 концентрированной серной кислоты, 20—25 см^3 концентрированной азотной кислоты и выпаривают раствор до начала выделения густого белого дыма серной кислоты. Если раствор окрашен, добавляют еще 5—10 см^3 концентрированной азотной кислоты и повторяют выпаривание. Стакан охлаждают, стенки стакана обмывают водой и выпаривают раствор до получения влажных солей. После охлаждения к остатку добавляют 7 см^3 соляной кислоты, разбавленной 7:3, и нагревают при температуре 80—95 °С до полного растворения солей. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100—150 см^3, обмывают стакан 3 см^3 соляной кислоты, разбавленной 7:3, и доводят ею объем раствора до 10 см^3. При массовой доле сурьмы свыше 0,01 % раствор переносят в соответствующую мерную колбу (табл. 1) и разбавляют до метки соляной кислотой, разбавленной 7:3.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см^3	Объем раствора, см^3
От 0,001 до 0,005	1	Весь	—
Св. 0,005 » 0,01	0,5	Весь	—
» 0,01 » 0,05	1	10	100
» 0,05 » 0,1	1	5	100
» 0,1 » 0,2	0,5	10	250
» 0,2 » 0,4	0,5	5	250
» 0,4 » 0,6	0,2	5	250

В этом случае отбирают указанную в табл. 1 аликвотную часть раствора в делительную воронку вместимостью 150 см^3 и доливают соляной кислотой, разбавленной 7:3, до объема 10 см^3. Добавляют в делительную воронку 1—2 капли раствора двухлористого олова до обесцвечивания раствора, перемешивают и оставляют на 1 мин. Затем добавляют 1 см^3 раствора азотистокислого натрия, воронку закрывают пробкой и встряхивают 2 мин. Открывают воронку. Через 2 мин добавляют 1 см^3 раствора мочевины и перемешивают 30 с. Затем добавляют 68 см^3 воды, 10 капель раствора кристаллического фиолетового, 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 минуту добавляют 60 см^3 воды. Раствор перемешивают, прибавляют 50 см^3 толуола, 10 капель кристаллического фиолетового и экстрагируют в течение 1 мин.

После разделения фаз нижний водный слой отбрасывают, а органический слой переливают в сухой стакан вместимостью 50 см^3, содержащий 0,2 г безводного сернокислого натрия.

Измеряют оптическую плотность полученного экстракта на фотоколориметре с красным светофильтром (λ = 590—610 нм) в кювете длиной 2 см или на спектрофотометре в кювете длиной 1 см при длине волны 610 нм. Раствором сравнения служит толуол.

Примечание. В том случае, если анализ не будет закончен в течение дня, он может быть прерван после осаждения сурьмы с двуокисью марганца или после выпаривания раствора с серной кислотой.

Содержание сурьмы находят по градуировочному графику.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В делительные воронки вместимостью по 150 см^3 вводят 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора Б и доливают соляной кислотой, разбавленной 7:3, до 10 см^3. Прибавляют 1—2 капли раствора двухлористого олова, перемешивают и оставляют на 1 мин, далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

По найденным величинам оптических плотностей растворов и соответствующим им концентрациям сурьмы строят градуировочный график.

2.3.1—2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса сурьмы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1а.

Таблица 1а

Массовая доля сурьмы, %	d, %	D, %	Массовая доля сурьмы, %	d, %	D, %
От 0,001 до 0,005 включ.	0,0005	0,001	Св. 0,05 до 0,10	0,010	0,02
Св. 0,005 » 0,01	0,001	0,002	» 0,10 » 0,20	0,020	0,05
» 0,01 » 0,025	0,002	0,005	» 0,20 » 0,65	0,040	0,10
» 0,025 » 0,05	0,004	0,01			

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

2.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, сопоставлением результатов, полученных фотометрическим и атомно-абсорбционным методами или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

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

3. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ С БРИЛЛИАНТОВЫМ ЗЕЛЕНЫМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на экстракции толуолом окрашенного в сине-зеленый цвет гексахлорстибата 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, разбавленная 1:1.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:5.

Олово двухлористое по ТУ 6—09—5384, 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.

Бриллиантовый зеленый, раствор 2 г/дм^3.

Толуол по ГОСТ 5789.

Сурьма по ГОСТ 1089 марки 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.

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

Раствор Б готовят в день применения.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску бронзы массой 0,1 г растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, в стакане вместимостью 250 см^3, накрытом часовым стеклом, при нагревании. После растворения навески часовое стекло и стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 3 см^3 концентрированной серной кислоты и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Охладив раствор, обмывают стенки стакана небольшим количеством воды и повторяют выпаривание. К остатку приливают 20 см^3 соляной кислоты, разбавленной 3:1, растворяют соли и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, после чего доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1, и перемешивают.

В делительную воронку вместимостью 150 см^3 отбирают 5 см^3 анализируемого раствора, добавляют две капли раствора хлористого 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, встряхивая в течение 1 мин.

После раздела фаз нижний водный слой отбрасывают, а органический слой переливают в сухой стакан вместимостью 50 см^3, содержащий 0,2 г безводного сернокислого натрия. Через 10 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 640 нм или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром при $\lambda = 590—610$ нм в кювете длиной 1 см. Раствором сравнения служит толуол. Содержание сурьмы находят по градуировочному графику.

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В делительные воронки вместимостью по 150 см^3 вводят 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 3,5 см^3 раствора Б и доливают соляной кислотой, разбавленной 3:1, до 5 см^3. Прибавляют две капли раствора двухлористого олова, затем перемешивают и оставляют на 1 мин. После этого вводят по 1 см^3 раствора азотистокислого натрия и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

По найденным величинам оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям сурьмы строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю сурьмы (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса сурьмы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1а.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1а.

4.4. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

4.3, 4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ СУРЬМЫ от 0,001 % до 0,05 %)

5.1. 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.

5.2. 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 раствор 2,5 моль/дм^3.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Марганец азотнокислый по ОСТ 6—09—4011, раствор 20 г/дм^3.

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

Водорода перекись 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 серной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доливают до метки раствором 2,5 моль/дм^3 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 раствором 2,5 моль/дм^3 серной кислоты.

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

5.3. Проведение анализа

5.3.1. *Для бронз с массовой долей кремния до 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 2 мин. Через 30 мин осадок отфильтровывают на плотный

фильтр и промывают стакан и осадок 4—5 раз горячим раствором 1,5 моль/дм^3 азотной кислоты. Осадок с развернутого фильтра смывают водой в стакан, в котором проводили осаждение, фильтр промывают 10 см^3 горячего раствора серной кислоты, разбавленной 1:4, содержащего несколько капель раствора перекиси водорода, а затем водой.

Промытый фильтр отбрасывают, а раствор выпаривают до влажных солей. После охлаждения добавляют 8 см^3 раствора 1 моль/дм^3 соляной кислоты, при массовой доле сурьмы до 0,02 % раствор переносят в мерную колбу или градуировочную пробирку вместимостью 10 см^3, а при массовой доле сурьмы свыше 0,02 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и доливают до метки раствором 1 моль/дм^3 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. *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 проводят, как указано в п. 5.3.1.

5.3.3. *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 проводят, как указано в п. 5.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю сурьмы (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100 ,$$

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

V — объем конечного раствора пробы, см^3;

m — масса навески, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1а.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1а.

5.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

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

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

6.1. Сущность метода

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

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для сурьмы.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

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

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

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

6.3. Проведение анализа

6.3.1. 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 раствором 1 моль/$дм^3$ соляной кислоты.

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

6.3.2. *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. 6.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Массовую долю сурьмы (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100 ,$$

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

V — объем конечного раствора пробы, $см^3$;

m — масса навески, г.

6.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1а.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1а.

6.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

6.4.3, 6.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.77 № 1614

3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.9—69

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1542—79

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 435—77	2.2	ГОСТ 5456—79	2.2
ГОСТ 493—79	Вводная часть	ГОСТ 5789—78	2.2, 3.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 6691—77	5.2
ГОСТ 1089—82	2.2, 3.2, 5.2, 6.2	ГОСТ 10484—78	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 5.2, 6.2	ГОСТ 10929—76	2.2, 3.2, 5.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2	ГОСТ 18175—78	5.2
ГОСТ 4166—76	2.2, 3.2	ГОСТ 20490—75	Вводная часть
ГОСТ 4197—74	2.2, 3.2	ГОСТ 25086—87	2.2, 5.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2, 5.2, 6.2	ТУ 6—09—4011—75	5.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 5.2, 6.2	ТУ 6—09—5384—88	2.2, 3.2

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)

gost.e-ecolog.ru