МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# СУРЬМА

## Методы определения железа

Antimony.
Methods for the determination of iron

**ГОСТ 1367.2—83**
**Взамен ГОСТ 1367.2—76**

ОКСТУ 1709

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 декабря 1983 г. № 6012 дата введения установлена 01.01.85**

**Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения железа от 0,008 до 0,15 % в сурьме марок Су00, Су0, Су1 и Су2.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 1367.0—83.

## 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании оранжево-красного комплексного соединения *о*-фенантролина с ионами двухвалентного железа при pH 2—9 и фотометрировании полученного комплекса при длине волны 510 нм.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Мензурки по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50, 100 и 250 $см^3$.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100 $см^3$ и 1 $дм^3$.

Колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100 $см^3$.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100 $см^3$.

Пипетки с делениями по НТД вместимостью 1, 2 и 10 $см^3$.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой долей 25 %.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой долей 10 %, свежеприготовленный.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор с массовой долей 50 % *О*-фенантролин солянокислый, раствор с массовой долей 0,5 %, свежеприготовленный.

Железо металлическое, восстановленное водородом, по ГОСТ 9849—86.

Раствор железа, стандартный: навеску железа, восстановленного водородом, массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, приливают 10 $см^3$ соляной кислоты и растворяют при нагревании с добавлением перекиси водорода. После растворения приливают 20—30 $см^3$ воды, кипятят, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,1 мг железа.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**



gost.e-ecolog.ru

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску сурьмы массой 0,5 г марок Су00, Су0 или массой 0,1 г марок Су1, Су2 помещают в стакан или в широкогорлую коническую колбу вместимостью 100 см$^3$, приливают 5 см$^3$ соляной кислоты и растворяют при нагревании и помешивании с добавлением по каплям перекиси водорода. После растворения навески содержимое колб упаривают до 1—2 см$^3$, приливают 5 см$^3$ винной кислоты, 10 см$^3$ воды, накрывают часовым стеклом и кипятят в течение 1 мин. Затем добавляют 10 см$^3$ гидрохлорида гидроксиламина, нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия до pH 3—3,5 (при этом расходуется примерно 7—8 см$^3$ раствора уксуснокислого натрия). Приливают 2 см$^3$ избытка уксуснокислого натрия, 10—20 см$^3$ воды, 10 см$^3$ *о*-фенантролина и переливают раствор в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доливая водой до метки. После добавления каждого реактива раствор перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 510 нм, в кювете длиной 20 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Массу железа в растворе пробы устанавливают по градуировочному графику.

2.2.2. *Построение градуировочного графика*

В восемь из девяти мерных колб вместимостью 100 см$^3$ приливают 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6 см$^3$ стандартного раствора, что соответствует 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12; 0,14; 0,16 мг железа. Девятая колба служит для проведения контрольного опыта. Стенки колб ополаскивают приблизительно 10 см$^3$ воды, приливают 5 см$^3$ винной кислоты, 10 см$^3$ гидрохлорида гидроксиламина и далее поступают как указано в п. 2.2.1.

По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им массовым долям железа строят градуировочный график.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю железа ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2 \cdot 1000},$$

где $m_1$ — масса железа в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, мг;

$m_2$ — масса навески сурьмы, г.

2.3.2. Разность двух результатов параллельных определений и разность двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать абсолютного допускаемого расхождения сходимости и воспроизводимости, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля железа, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % | |
|---|---|---|
| | сходимости | воспроизводимости |
| От 0,008 до 0,010 включ. | 0,002 | 0,003 |
| Св. 0,010 » 0,020 » | 0,003 | 0,004 |
| » 0,020 » 0,040 » | 0,005 | 0,006 |
| » 0,040 » 0,100 » | 0,010 | 0,012 |
| » 0,10 » 0,15 » | 0,02 | 0,03 |

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3.3. Метод применяется при разногласиях в оценке качества сурьмы.

## 3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Метод основан на измерении атомного поглощения железа при введении растворов проб и растворов сравнения в пламя пропан—бутан—воздух или ацетилен—воздух.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный Перкин-Элмер 503 или другой аналогичный атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Газ пропан-бутан — по ГОСТ 20448—90.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 50 и 100 см$^3$.

Колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100 см$^3$.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 25, 50 см$^3$ и 1 дм$^3$.

Пипетки с делениями по НТД вместимостью 1, 2 и 5 см$^3$.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой долей 25 %.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 30 %.

Железо металлическое, восстановленное водородом, по ГОСТ 9849—86.

Раствор железа, стандартный: навеску железа, восстановленного водородом, массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см$^3$, приливают 10 см$^3$ соляной кислоты и растворяют при нагревании с добавлением перекиси водорода. После растворения приливают 20—30 см$^3$ воды, кипятят, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм$^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см$^3$ раствора содержит 0,1 мг железа.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску сурьмы массой 0,25 г марок Су00, Су0 или массой 0,1 г марок Су1, Су2 помещают в стакан вместимостью 50—100 см$^3$, приливают 5 см$^3$ соляной кислоты, по каплям, перемешивая, добавляют перекись водорода. После растворения навески приливают 5 см$^3$ винной кислоты, 5—10 см$^3$ воды и нагревают до кипения. Раствор кипятят, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 25 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Полученный раствор сурьмы распыляют в пламя и измеряют абсорбцию при длине волны 248,3 нм.

Одновременно проводят два контрольных опыта со всеми применяемыми реактивами. Усредненное значение величины абсорбции раствора контрольного опыта вычитают из величины абсорбции раствора пробы.

Массу железа в растворе анализируемой пробы определяют по градуировочному графику.

3.2.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 25 см$^3$ приливают последовательно 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,5 см$^3$ стандартного раствора железа, что соответствует 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,15 мг железа. Седьмая колба служит для проведения контрольного опыта. Во все колбы приливают 5 см$^3$ соляной кислоты, 5 см$^3$ винной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 25 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Концентрация железа в растворах сравнения соответственно равна 0,8; 1,6; 2,4; 3,2; 4,0; 6,0 мг/дм$^3$.

Растворы сравнения распыляют в пламя в порядке возрастания содержания железа. Измерение аналитического сигнала $A$ для каждого раствора сравнения и раствора пробы проводят по три раза и вычисляют соответствующие средние арифметические значения $\overline{A} = \frac{1}{3}(A_1 + A_2 + A_3)$ для каждого раствора. По средним значениям $\overline{A}$ для растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрацию железа, а по оси ординат — абсорбцию.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю железа ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где $c$ — концентрация железа в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику и по среднему значению $\overline{A}$, полученному для раствора пробы, мг/дм$^3$;

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

$m$ — масса навески сурьмы, г.

3.3.2. Разность двух результатов параллельных определений и разность двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должна превышать абсолютного допускаемого расхождения сходимости и воспроизводимости, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля железа, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % | |
|---|---|---|
| | сходимости | воспроизводимости |
| От 0,008 до 0,010 включ. | 0,003 | 0,004 |
| Св. 0,010 » 0,020 » | 0,004 | 0,006 |
| » 0,020 » 0,040 » | 0,006 | 0,007 |
| » 0,04 » 0,10 » | 0,01 | 0,02 |
| » 0,10 » 0,15 » | 0,02 | 0,03 |

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**



gost.e-ecolog.ru