

ГОСТ 20996.9—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

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 $(\text{SbCl}_6)^-$ 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 двуххлористое 2-водное по НД, раствор 200 г/дм³ в растворе соляной кислоты (3:1).

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор 100 г/дм³.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, насыщенный раствор: растворяют 100 г мочевины в 100 см³ горячей воды.

Кристаллический фиолетовый, раствор 2 г/дм³ (допускается использование реактива квалификации ниже ч.д.а.).

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор 100 г/дм³ 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 см³, приливают 20—25 см³ серной кислоты, закрывают часовым стеклом (стеклянной пластинкой) и нагревают до растворения навески. Стекло (пластинку) снимают, раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки раствором серной кислоты (1:10) и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг сурьмы.

Раствор Б: отбирают 10 см³ раствора А и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки раствором соляной кислоты (3:1) и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг сурьмы.

Раствор В: отбирают 10 см³ раствора Б и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают раствором соляной кислоты (3:1) до метки и перемешивают.

1 см³ 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 см³, приливают 15—25 см³ азотной кислоты и упаривают раствор до объема 3—5 см³. Прибавляют 5—10 см³ серной кислоты (1:1) и выпаривают до паров серной кислоты. Охлаждают, обмывают водой стенки стакана и снова выпаривают до 3—5 см³. После охлаждения приливают 20—25 см³ раствора соляной кислоты (3:1), растворяют соли при слабом нагревании и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 или 100 см³, доливают раствором соляной кислоты (3:1) до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 5 или 10 см³ (или весь раствор в зависимости от массовой доли сурьмы) переносят в стакан вместимостью 100—250 см³, прибавляют по каплям раствор хлористого олова до обесцвечивания раствора. Если анализируемый раствор бесцветный, то добавляют только 1—2 капли.

Затем приливают 1 см³ азотистокислого натрия и дают раствору постоять 2 мин. После этого добавляют 1 см³ мочевины и переводят полученный раствор в делительную воронку вместимостью 200 см³, прибавляют 10—12 см³ соляной кислоты (1:1) и доливают объем водой до 75—80 см³.

В делительную воронку приливают 20—25 см³ толуола, 1 см³ кристаллического фиолетового и экстрагируют 1 мин. После расслоения органический слой отделяют, переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, 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 см³ помещают 0; 2,0; 5,0; 7,0 см³ стандартного раствора В; 1,0; 2,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,002; 0,005; 0,007; 0,01 и 0,02 мг сурьмы, прибавляют 1 см³ раствора хлорного железа, доливают раствором соляной кислоты (3:1) до объема 10 см³ 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, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески селена, г.

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

С. 3 ГОСТ 20996.9—82

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. Мартымяновой*

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.
 Пгр № 080102