

ГОСТ 20996.9—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

Издание официальное

ИЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ**

Метод определения сурьмы

Selenium. Method of antimony determination

**ГОСТ
20996.9—82***

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 (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 двухлористое 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)

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

$$X = \frac{m_1}{m} \frac{V}{V_1} \frac{100}{1000},$$

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.

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.
 Плр № 080102

Изменение № 2 ГОСТ 20996.9—82 Селен технический. Метод определения сурьмы
Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 72-П от 14.11.2014)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 10103

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AZ, AM, BY, KZ, KG, RU [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Стандарт дополнить разделами — 1а, 1б (перед разделом 1):

«1а. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

- ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 (ISO 1042—83, ISO 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия
- ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотисто-кислый. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 5789—78 Реактивы. Тoluол. Технические условия
- ГОСТ 6691—77 Реактивы. Карбамид. Технические условия
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 20996.0—82 Селен технический. Общие требования к методам анализа
- ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования
- ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ ИСО 5725-6—2002** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

1б. Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли сурьмы соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2015—09—01.

Т а б л и ц а 1 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли сурьмы

В процентах

Диапазон измерений массовой доли сурьмы	Показатель точности $\pm \Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,030 »	0,004	0,003	0,005
» 0,030 » 0,060 »	0,006	0,006	0,009

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотозлектроколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 608—610 нм;
- весы специального класса точности по ГОСТ 24104;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1—100 ТХС, В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;
- стекло часовое;
- воронки делительные ВД-1-250 ХС по ГОСТ 25336.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:10 и 3:1;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1, 1:10;
- олово двуххлористое 2-водное по [1], раствор массовой концентрации 200 г/дм³ в соляной кислоте, разбавленной 3:1;
- натрий азотисто-кислый по ГОСТ 4197;
- мочевины по ГОСТ 6691;
- кристаллический фиолетовый по [2], раствор массовой концентрации 2 г/дм³;
- толуол по ГОСТ 5789;
- железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор массовой концентрации 100 г/дм³ в соляной кислоте, разбавленной 3:1;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- сурьму по ГОСТ 1089».

Стандарт дополнить разделом — 3а (перед разделом 3).

«3а. Подготовка к проведению измерений

3а.1. При приготовлении насыщенного раствора мочевины 100 г мочевины растворяют в 100 см³ горячей воды.

3а.2. Для построения градуировочного графика готовят растворы сурьмы известной концентрации.

При приготовлении раствора А массовой концентрации сурьмы 0,1 мг/см³ навеску сурьмы массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают от 20 до 25 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, закрывают часовым стеклом и нагревают до растворения навески. Стекло снимают, раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации сурьмы 0,01 мг/см³ отбирают 10 см³ раствора А и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1, и перемешивают.

При приготовлении раствора В массовой концентрации сурьмы 0,001 мг/см³ отбирают 10 см³ раствора Б и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1, и перемешивают.

За.3. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов вместимостью 100 см³ каждый помещают 0; 2,0; 5,0; 7,0 см³ раствора В и 1,0; 2,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,002; 0,005; 0,007; 0,01 и 0,02 мг сурьмы, приливают 1 см³ раствора хлорного железа, доливают соляной кислотой, разбавленной 3:1 до объема 10 см³, и далее выполняют в соответствии с 3.1».

Пункт 3.2 исключить.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции:

«4.2. За результат измерений принимают среднearифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r , приведенных в таблице 1.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1)».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3:

«4.3. Абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, не должно превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1 (при доверительной вероятности $P = 0,95$. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6».

Стандарт дополнить элементом — «Библиография»:

«Библиография

- | | |
|--|--|
| [1] Технические условия
ТУ 6-09-5393—88 | Олово (II) хлорид 2-водное (олово двуххлористое), чистый для анализа,
чистый |
| [2] Технические условия
ТУ 6-09-4119—75 | Кристаллический фиолетовый,
(*N,N,N,N,N,N*-гексаметилпарарозанилин хлористый), квалификации
чистый для анализа». |

(ИУС № 7 2015 г.)