

Изменение № 4 ГОСТ 13938.10—78 Медь. Метод определения сурьмы

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.04.88 № 1226

Дата введения 01.01.89

Наименование стандарта. Заменить слово: «Метод» на «Методы», «Method» на «Methods».

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,0005 до 0,1 %) методы определения сурьмы в меди марок в соответствии с ГОСТ 859—78.

Фотометрический метод основан на образовании окрашенного соединения хлоркомплекса сурьмы (V) с родамином С (В) в органической фазе после экстракции хлоркомплекса сурьмы изопропиловым эфиром. Оптическую плотность растворов соединения сурьмы с родамином С (В) измеряют при длине волны: 550 мм.

(Продолжение см. с. 84)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13938.10—78)

Атомно-абсорбционный метод основан на измерении поглощения линии сурьмы в пламени ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух при длине волны 217,6 нм. При содержании сурьмы до 0,01 % предварительно выделяют ее осаждением на гидроксиде железа и растворении осадка в соляной кислоте.

Раздел 1 изложить в новой редакции:

«1. Общие требования

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 13938.1—78».

Раздел 2. Заменить значение: 1 н. на 1 моль/дм³;

исключить слова: «марки МВЧк, М00к или М00б (с содержанием сурьмы не более 0,0002 %)»; «пергидроль».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

(Продолжение см. с. 85)

Т а б л и ц а 3

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %, результатов	
	параллельных определений	анализов
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 > 0,0030 >	0,0004	0,0006
> 0,003 > 0,010 >	0,001	0,002
> 0,010 > 0,030 >	0,002	0,004
> 0,030 > 0,100 >	0,004	0,007

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3: «4.3. Допускается определение сурьмы экстракционно-фотометрическим методом с применением кристаллического фиолетового или бриллиантового зеленого».

Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Атомно-абсорбционный метод

5.1. Аппаратура, реактивы, растворы
Спектрофотометр атомно-абсорбционный любого типа.

Источник излучения на сурьму.

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Пропан-бутан по ГОСТ 20448—80.

Компрессор воздушный.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и раствор (1:1), 1 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор (1:1).

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и раствор 1:99.

Железо по ГОСТ 9849—86, раствор 25 г/дм³ в растворе азотной кислоты 1 моль/дм³.

Медь по ГОСТ 859—78.

Сурьма по ГОСТ 1089—82.

Сурьма трехокись.

Стандартные растворы сурьмы в разд. 2.

5.2. Проведение анализа

5.2.1. Навеску меди массой 5,0 г (при содержании сурьмы до 0,01 %) помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют при нагревании в 25 см³ раствора азотной кислоты (1:1). После удаления оксидов азота приливают 250 см³ воды и 5 см³ раствора железа, нагревают до 60—70 °С. Добавляют

(Продолжение см. с. 86)

аммиак в таком количестве, чтобы вся медь перешла в аммиачный комплекс и еще 5 см³.

Оставляют при 60 °С до коагуляции осадка, после чего фильтруют через фильтр средней плотности. Промывают осадок на фильтре 2—3 раза горячим раствором аммиака (1:99).

Растворяют осадок в 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1), собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 25 см³, и промывают фильтр 2—3 раза горячей водой. После охлаждения разбавляют водой до метки и перемешивают.

Измеряют поглощение анализируемого раствора при длине волны 217,7 нм одновременно с раствором контрольного опыта и растворами для построения градуировочного графика.

Массу сурьмы определяют по градуировочному графику.

Допускается определение в анализируемом растворе висмута (от 0,0005 до 0,005 %), олова (от 0,01 до 0,06 %) и свинца (от 0,0005 до 0,005 %).

5.2.2. Навеску меди массой 1,0 г (при содержании сурьмы свыше 0,01 %) помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 10—15 см³ раствора азотной кислоты (1:1). После растворения навески приливают 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют до метки раствором соляной кислоты 1 моль/дм³ и перемешивают.

Измеряют поглощение, как описано в п. 3.3.1.

5.2.3. Для построения градуировочного графика в семь стаканов вместимостью до 400 см³ помещают 1,0 или 5,0 г меди (в зависимости от содержания сурьмы) и растворяют в соответствии с пп. 5.2.1 и 5.2.2. В шесть из семи стаканов добавляют 0,25; 0,50; 1,00; 2,00; 3,00 и 5,00 см³ стандартного раствора Б и проводят анализ в соответствии с п. 5.2.1 или 5.2.2.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им концентрациям сурьмы строят градуировочный график.

При построении графика значение сигнала фонового раствора вычитают из значения сигнала каждого стандартного раствора и проводят график из начала координат.

5.3. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V \cdot 100}{m \cdot 100},$$

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

m_2 — масса сурьмы в растворе контрольного опыта, мг;

m — масса навески меди, г;

V — вместимость мерной колбы, см³.

5.4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в табл. 3».

(ИУС № 7 1988 г.)