

## ФЕРРОМОЛИБДЕН

## Метод определения сурьмы

Ferromolybdenum. Method for determination  
of antimonyГОСТ  
13151.10—82

[СТ СЭВ 2871—81]

Взамен  
ГОСТ 13151.10—77Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 мая  
1982 г. № 2119 срок действия установленс 01.01. 1983 г.  
до 01.01. 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения сурьмы в ферромolibдене (при массовой доле сурьмы от 0,005 до 0,050 %).

Метод основан на взаимодействии аниона гексахлорантимоната с бриллиантовым зеленым в среде раствора серной и соляной кислот с образованием соединения изумрудного цвета, экстрагируемого толуолом.

Оптическую плотность толуольного экстракта измеряют на спектрофотометре при длине волны 640 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 590 до 670 нм.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2871—81.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 8.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

Переиздание. Август 1984 г.

35

285-95  
18

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—78, 10%-ный раствор: 10 г соли растворяют в 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1).

Натрий азотисто-кислый по ГОСТ 4197—74, 10%-ный свежеприготовленный раствор.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, насыщенный раствор: 50 г мочевины растворяют в 50 см<sup>3</sup> горячей воды и охлаждают до комнатной температуры.

Бриллиантовый зеленый, 0,5%-ный водно-спиртовой раствор: 0,5 г реактива растворяют в 100 см<sup>3</sup> водно-спиртовой смеси в соотношении 3:1.

Сурьма металлическая по ГОСТ 1089—82.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А: 0,1 г сурьмы растворяют в 50 см<sup>3</sup> серной кислоты. После растворения навески приливают еще 50 см<sup>3</sup> серной кислоты, раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, в которую предварительно налито 600 см<sup>3</sup> воды, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация сурьмы в растворе А равна 0,0001 г/см<sup>3</sup>.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доливают серной кислотой (1:8) до метки.

Массовая концентрация сурьмы в растворе Б равна 0,000002 г/см<sup>3</sup>.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску ферромолибдена массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), стакан накрывают часовым стеклом и растворяют навеску при умеренном нагревании. После растворения навески со стакана снимают часовое стекло, которое предварительно обмывают небольшим количеством воды, приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и выпаривают до появления паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. Соли растворяют в 80 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки соляной кислотой (1:1).

В зависимости от содержания сурьмы отбирают аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 1.

Аликвотную часть раствора переносят в делительную воронку вместимостью 150 см<sup>3</sup>. Объем раствора доводят до 20 см<sup>3</sup> соляной кислотой (1:1), приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1), охлаж-

дают. Приливают 1 см<sup>3</sup> раствора двухлористого олова, 2 см<sup>3</sup> раствора азотистокислого натрия, перемешивают в течение 5 мин. Добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора мочевины, 70 см<sup>3</sup> воды, 1 см<sup>3</sup> раствора бриллиантового зеленого, встряхивают 2—3 раза, добавляют 20 см<sup>3</sup> толуола и встряхивают еще в течение 1 мин.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>
От 0,005 до 0,01	20
Св. 0,01 » 0,03	10
» 0,03 » 0,05	5

Толуольному и водному слоям дают расслоиться, водный слой сливают, а толуольный отфильтровывают в кювету и измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 640 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания 590—670 нм. В качестве раствора сравнения используют толуол. Содержание сурьмы находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

3.2. Для построения градуировочного графика в пять стаканов из шести вместимостью по 250 см<sup>3</sup> последовательно помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,000001; 0,000002; 0,000004; 0,000006; 0,000008 г сурьмы. В каждый из шести стаканов приливают по 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 1), по 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до появления паров серной кислоты. Содержимое стаканов охлаждают, обмывают стенки водой и вновь выпаривают до появления паров серной кислоты. Соли растворяют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 1), раствор переливают в делительную воронку вместимостью 150 см<sup>3</sup>, объем доводят до 20 см<sup>3</sup> соляной кислотой (1 : 1) и далее анализ проводят как указано в п. 3.1.

Раствор шестого стакана, содержащий все применяемые при построении градуировочного графика реактивы, кроме стандартного раствора, служит для проведения контрольного опыта. Градуировочный график строят по найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям сурьмы.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где  $m_1$  — масса сурьмы, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,008	0,003
Св. 0,008 » 0,020	0,005
» 0,020 » 0,050	0,008

---

Изменение № 1 ГОСТ 13151.10—82 Ферромолибден. Методы определения сурьмы

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 01.06.87 № 1785

Дата введения 01.01.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

*(Продолжение см. с. 80)*

79

Раздел 2. Заменить ссылку и слова: «по ГОСТ 5962—67» на «технический по ГОСТ 18300—72», «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>» (2 раза); «0,5 %-ный водно-спиртовой раствор» на «водно-спиртовой раствор с массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>».

Пункт 4.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2»,

(ИУС № 9 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 13151.10—82 Ферромолибден. Метод определения сурьмы  
Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сер-  
тификации (отчет Технического секретариата № 2 от 15.04.94)

Дата введения 1995—07—01

Под обозначением стандарта исключить обозначение: (СТ СЭВ 2871—81).  
Вводная часть. Заменить значение: 0,050 % на 0,12 %; последний абзац  
исключить.

Раздел 1. Заменить ссылки: ГОСТ 13020.0—75 на ГОСТ 28473—90, ГОСТ  
6613—73 на ГОСТ 26201—84.

Раздел 2. Исключить ссылку: ГОСТ 36—78; заменить ссылку: ГОСТ  
18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.1. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 24)

Т а б л и ц а 1

Массовая доля сурьмы, %	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>
От 0,005 до 0,01 включ.	20,0
Св. 0,01 до 0,03 »	10,0
» 0,03 » 0,05 »	5,0
» 0,05 » 0,12 »	2,0

Пункт 3.2. Последний абзац. Заменить слово: «содержаниям» на «массам».

(Продолжение см. с. 25)



(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 13151.10—82)

Пункт 4.2 и таблицу 2 изложить в новой редакции: «4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли сурьмы приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля сурьмы, %	Погрешность результатов анализа $\Delta$ , %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_k$	двух параллельных определений $d_2$	трех параллельных определений $d_3$	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения $\delta$
От 0,005 до 0,01 включ.	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
Св 0,01 » 0,02 »	0,005	0,006	0,005	0,006	0,003
» 0,02 » 0,05 »	0,009	0,011	0,009	0,011	0,006
» 0,05 » 0,12 »	0,014	0,017	0,014	0,018	0,009

(ИУС № 3 1995 г.)

## СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 13151.2—82 Ферромolibден. Метод определения вольфрама . .	1
ГОСТ 13151.3—82 Ферромolibден. Методы определения углерода . .	8
ГОСТ 13151.6—82 Ферромolibден. Методы определения фосфора . .	16
ГОСТ 13151.7—82 Ферромolibден. Методы определения меди . .	23
ГОСТ 13151.9—82 Ферромolibден. Методы определения олова . .	28
ГОСТ 13151.10—82 Ферромolibден. Метод определения сурьмы . .	35

Редактор *Н. В. Бобкова*  
Технический редактор *Э. В. Митяй*  
Корректор *В. А. Радуканте*

Сдано в наб. 28.08.84 Подп. в печ. 20.02.85 2,5 л. л. 2,5 усл. кр.-отт. 2,28 уч.-изд. л.  
Тираж 10000 Цена 16 коп.

---

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,  
Новопроспектский пер., д. 3.  
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Минадауго, 12/14. Зак. 4234

Величина	Единица		
	Наименование	Обозначение	
		международное	русское

### ОСНОВНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ

Длина	метр	m	м
Масса	килограмм	kg	кг
Время	секунда	s	с
Сила электрического тока	ампер	A	А
Термодинамическая температура	кельвин	K	К
Количество вещества	моль	mol	моль
Сила света	кандела	cd	кд

### ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ

Плоский угол	радиан	rad	рад
Телесный угол	стерадиан	sr	ср

### ПРОИЗВОДНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ, ИМЕЮЩИЕ СПЕЦИАЛЬНЫЕ НАИМЕНОВАНИЯ

Величина	Наименование	Обозначение		Выражение через основные и дополнительные единицы СИ
		международное	русское	
Частота	герц	Hz	Гц	$\text{с}^{-1}$
Сила	ньютон	N	Н	$\text{м} \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-2}$
Давление	паскаль	Pa	Па	$\text{м}^{-1} \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-2}$
Энергия	джоуль	J	Дж	$\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-2}$
Мощность	ватт	W	Вт	$\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-3}$
Количество электричества	кулон	C	Кл	$\text{с} \cdot \text{А}$
Электрическое напряжение	вольт	V	В	$\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-3} \cdot \text{А}^{-1}$
Электрическая емкость	фарад	F	Ф	$\text{м}^{-2} \cdot \text{кг}^{-1} \cdot \text{с}^4 \cdot \text{А}^2$
Электрическое сопротивление	ом	$\Omega$	Ом	$\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-3} \cdot \text{А}^{-2}$
Электрическая проводимость	сименс	S	См	$\text{м}^{-2} \cdot \text{кг}^{-1} \cdot \text{с}^3 \cdot \text{А}^2$
Поток магнитной индукции	вебер	Wb	Вб	$\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-2} \cdot \text{А}^{-1}$
Магнитная индукция	тесла	T	Тл	$\text{кг} \cdot \text{с}^{-2} \cdot \text{А}^{-1}$
Индуктивность	генри	H	Гн	$\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-2} \cdot \text{А}^{-2}$
Световой поток	люмен	lm	лм	$\text{кд} \cdot \text{ср}$
Освещенность	люкс	lx	лк	$\text{м}^{-2} \cdot \text{кд} \cdot \text{ср}$
Активность радионуклида	беккерель	Bq	Бк	$\text{с}^{-1}$
Поглощенная доза ионизирующего излучения	грей	Gy	Гр	$\text{м}^2 \cdot \text{с}^{-2}$
Эквивалентная доза излучения	зиверт	Sv	Зв	$\text{м}^2 \cdot \text{с}^{-2}$