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

СУРЬМА

Метод определения натрия

Antimony. Method for the determination of sodium

ГОСТ 1367.10—83

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 декабря 1983 г. № 6013 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 пламенно-фотометрический метод определения натрия от $5 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-4}$ % в сурьме марки Су0000П.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на измерении интенсивности излучения резонансной линии натрия в пламени типа воздух—пропан—бутан. Сурьму, мешающую определению, отгоняют в виде бромидов.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотометр для пламени типа ФПЛ-1 или другой фотометр или спектрофотометр для пламени с чувствительностью по натрию не ниже 0,01 мг/дм^3.

Газ пропан-бутан по ГОСТ 20448—90.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 500 см^3 и 1 дм^3.

Пипетки с делениями по НТД вместимостью 5 см^3.

Стаканы кварцевые по ГОСТ 19908—90 вместимостью 50 и 250 см^3.

Пробирки кварцевые по ГОСТ 19908—90 вместимостью 10 см^3 отградуированные.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1:1 бидистиллятом.

Бром по ГОСТ 4109—79, дважды перегнанный в приборе из кварца.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Вода бидистиллированная, готовится перегонкой дистиллированной воды в кварцевом перегонном аппарате.

Стандартные растворы натрия.

Раствор А; 2,5419 г хлористого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, приливают воды, растворяют, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг натрия.

Раствор Б: 1 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 1 мкг натрия.

Стандартные растворы хранят в плотно закрытой стеклянной посуде.

Раствор сравнения: в градуированные кварцевые пробирки вместимостью 10 см^3 приливают последовательно 0; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2 мкг натрия, доливают до метки бидистиллятом и перемешивают. Растворы сравнения

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в марте 1989 г. (ИУС 6—89).

распыляют в пламя в порядке возрастания содержания натрия. Концентрация натрия в растворах сравнения соответственно равна 0; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12 мкг/см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Проведение анализа

2.2.1. *Подготовка проб к анализу*

1 г сурьмы марки Су0000П помещают в кварцевый стакан вместимостью 50 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты (1:1), а затем осторожно, по каплям (при непрерывном перемешивании и охлаждении) 2 см³ брома (реакция идет бурно). Полученный раствор выпаривают при умеренном нагревании досуха. Сухой остаток смачивают 2 см³ соляной кислоты (1:1), смывая ею стенки стакана, приливают 0,5 см³ брома и снова выпаривают раствор досуха. Для полного удаления сурьмы обработку остатка соляной кислотой и бромом повторяют два раза. Остаток смачивают 10—15 каплями соляной кислоты (1:1), вновь выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют при нагревании в 2 см³ соляной кислоты (1:1). Раствор переводят в кварцевую градуированную пробирку вместимостью 10 см³, доводят бидистиллятом до метки и перемешивают.

Одновременно проводят три контрольных опыта.

2.2.2. *Фотометрирование*

Во избежание искажений результатов анализа необходимо исключить контакт всех фотометрируемых растворов со стеклом и с другими источниками ионов натрия. С этой целью следует заменить стеклянные детали фотометра на пути подачи растворов и аэрозоля в пламя кварцевыми или пластмассовыми, то есть из материала, который не может быть источником ионов натрия.

Подготовить фотометр к определению натрия по инструкции, прилагаемой к прибору.

При работающем фотометре и зажженном пламени тщательно промыть систему прибора, распыляя сначала дистиллированную воду, а затем бидистиллят в течение нескольких минут, пока показания фотометра достигнут минимального («нулевого») значения.

Фотометрируют по методу ограничивающих растворов.

3. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

3.1. Концентрацию натрия в растворе пробы (C_x) вычисляют по формуле

$$C_x = C_1 + \frac{(C_2 - C_1) \cdot (O_x - O_1 - O_к)}{O_2 - O_1},$$

где C_1 — концентрация натрия в первом растворе сравнения, мкг/см³;

C_2 — концентрация натрия во втором растворе сравнения, мкг/см³;

O_1 — интенсивность излучения натрия в первом растворе сравнения;

O_2 — интенсивность излучения натрия во втором растворе сравнения;

O_x — интенсивность излучения натрия в растворе пробы;

$O_к$ — средняя арифметическая интенсивность излучения в растворах контрольных опытов.

3.2. Массовую долю натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где C_x — концентрация натрия в растворе пробы, мкг/см³;

V — объем раствора анализируемой пробы, см³;

m — масса навески сурьмы, г.

3.3. 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 таблице.

Массовая доля натрия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,00005 до 0,00010 включ.	0,00004	0,00005
Св. 0,00010 » 0,00020 »	0,00005	0,00006

(Измененная редакция, Изм. 1).