

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР****СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ**

Методы определения сурьмы

**ГОСТ  
1652.6—77**

Copper-zinc alloys.

Methods for the determination of antimony

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—07—01

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы с кристаллическим фиолетовым (при массовой доле сурьмы от 0,001 до 0,3 %), экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы с бриллиантовым зеленым (при массовой доле сурьмы от 0,1 до 0,3 %) и атомно-абсорбционный метод определения сурьмы (при массовой доле сурьмы от 0,001 до 0,2 %) в медно-цинковых сплавах по ГОСТ 15527, ГОСТ 17711 и ГОСТ 1020.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

**2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ С КРИСТАЛЛИЧЕСКИМ ФИОЛЕТОВЫМ****2.1. Сущность метода**

Метод основан на экстракции пятивалентной сурьмы толуолом в виде гексахлоретибата кристаллического фиолетового и измерении оптической плотности экстракта после выделения сурьмы с осаждением ее с двуокисью марганца и растворении осадка в соляной кислоте.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 7:3, 3:1 и 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1 и 1:5.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490 и раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Олово двухлористое, раствор 100 г/дм<sup>3</sup> в соляной кислоте, разбавленной 1:1.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Мочевина по ГОСТ 6691, насыщенный раствор; готовят следующим образом: 100 г мочевины растворяют в 100 см<sup>3</sup> горячей воды.

Кристаллический фиолетовый, раствор 2 г/дм<sup>3</sup>.

Толуол по ГОСТ 5789.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Сурьма по ГОСТ 1089, марки Су00.

**Растворы сурьмы**

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г сурьмы растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают 175 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0001 г сурьмы.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 70 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г сурьмы.

**2.3. Проведение анализа**

2.3.1. Навеску сплава массой 0,5 г растворяют при нагревании в 5—10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, в стакане вместимостью 250 см<sup>3</sup>, накрытом часовым стеклом. Раствор охлаждают, часовое стекло ополаскивают водой и разбавляют водой до 50 см<sup>3</sup>. При анализе кремнистой латуни навеску сплава 0,5 г помещают в плати-

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений ( $d$  — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2.

**(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

5.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

5.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

5.4.4.1—5.4.4.3. **(Исключены, Изм. № 3).**

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

Ю.Ф. Шевакин, М.Б. Таубкин, А.А. Немодрук, Н.В. Егiazарова  
(руководитель темы), И.А. Воробьева

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.04.77 № 1062

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 1652.6—71

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—91	4.4, 5.4.4
ГОСТ 435—77	2.2, 5.2
ГОСТ 859—78	5.2
ГОСТ 1020—77	Вводная часть
ГОСТ 1089—82	2.2, 3.2, 5.2
ГОСТ 1652.1—77	1.1
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 5.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 5.2
ГОСТ 4166—76	2.2, 3.2
ГОСТ 4197—74	2.2, 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 5.2
ГОСТ 5789—78	2.2, 3.2
ГОСТ 6008—90	5.2
ГОСТ 6691—77	2.2, 3.2
ГОСТ 10484—78	2.2
ГОСТ 10929—76	5.2
ГОСТ 15527—70	Вводная часть
ГОСТ 17711—93	Вводная часть
ГОСТ 18300—87	5.2
ГОСТ 20490—75	2.2, 5.2
ГОСТ 25086—87	1.1, 5.4.4

С. 13 ГОСТ 1652.6—77

5. Постановлением Госстандарта от 28.12.92 № 1525 снято ограничение срока действия
6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1991 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в октябре 1981 г., ноябре 1987 г., декабре 1992 г. (ИУС 12—81, 2—88, 3—93)

## СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 1652.1—77 (ИСО 1554—76)	Сплавы медно-цинковые. Методы определения меди . . . . .	1
ГОСТ 1652.2—77 (ИСО 4749—84)	Сплавы медно-цинковые. Методы определения свинца . . . . .	12
ГОСТ 1652.3—77 (ИСО 1812—76, ИСО 4748—84)	Сплавы медно-цинковые. Методы определения железа . . . . .	29
ГОСТ 1652.4—77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения марганца . . . . .	44
ГОСТ 1652.5—77 (ИСО 4751—84)	Сплавы медно-цинковые. Методы определения олова . . . . .	57
ГОСТ 1652.6—77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения сурьмы . . . . .	78

Редактор *Р.Г. Говердовская*  
Технический редактор *О.Н. Власова*  
Корректор *Р.А. Мейтова*  
Компьютерная верстка *С.В. Рабовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 10.07.97. Подписано в печать 08.09.97  
Усл.печ.л. 5,35. Уч.-изд.л. 5,10. Тираж 170 экз. С908. Зак. 141.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

новую чашку, прибавляют  $10 \text{ см}^3$  азотной кислоты, разбавленной 1:1,  $2 \text{ см}^3$  фтористоводородной кислоты и нагревают до растворения. После охлаждения стенки чашки обмывают небольшим количеством воды, добавляют  $3 \text{ см}^3$  концентрированной серной кислоты и выпаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, обмывают стенки небольшим количеством воды и повторяют выпаривание до начала выделения белого дыма серной кислоты. После охлаждения растворяют соли в  $5 \text{ см}^3$  азотной кислоты, разбавленной 1:1, переводят раствор в стакан вместимостью  $250 \text{ см}^3$  и разбавляют водой до объема  $50 \text{ см}^3$ . Далее, как для обычной, так и для кремнистой латуни полученный раствор нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроокиси меди, не исчезающего во время перемешивания, и добавляют пипеткой  $0,5 \text{ см}^3$  азотной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют  $1 \text{ см}^3$  раствора марганцовокислого калия, стакан накрывают часовым стеклом и раствор нагревают почти до кипения. Затем добавляют  $1 \text{ см}^3$  сернокислого марганца и кипятят 2 мин. Раствор оставляют на 1 ч, после чего осадок отфильтровывают на плотный фильтр. Стакан и осадок промывают 4—5 раз горячей азотной кислотой, разбавленной 1:100, до исчезновения окраски азотно-кислой меди.

Фильтр с осадком переносят в стакан, в котором производилось осаждение, прибавляют  $10—15 \text{ см}^3$  концентрированной серной кислоты,  $20—25 \text{ см}^3$  концентрированной азотной кислоты и выпаривают раствор до начала выделения густого белого дыма серной кислоты. Если раствор окрашен, добавляют еще  $5—10 \text{ см}^3$  концентрированной азотной кислоты и повторяют выпаривание. Стакан охлаждают, стенки стакана обмывают водой и выпаривают раствор до получения влажных солей. После охлаждения к остатку добавляют  $7 \text{ см}^3$  соляной кислоты, разбавленной 7:3, и нагревают при  $80—95^\circ \text{C}$  до полного растворения солей. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью  $150 \text{ см}^3$ , обмывают стакан  $3 \text{ см}^3$  соляной кислоты, разбавленной 7:3, и доводят ею объем раствора до  $10 \text{ см}^3$ . При массовой доле сурьмы свыше 0,005 % раствор переносят в соответствующую мерную колбу (табл. 1) и разбавляют до метки соляной кислотой, разбавленной 7:3.



Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Объем раствора после разбавления, см <sup>3</sup>	Объем аликвотной части, см <sup>3</sup>	Масса навески, соответствующая аликвотной части, г
От 0,001 до 0,005 включ.	10	Весь	0,5
Св. 0,005 * 0,025 *	50	10,0	0,10
* 0,025 * 0,1 *	100	5,0	0,025
* 0,1 * 0,3 *	100	2,0	0,01

В этом случае отбирают указанную в табл. 1 аликвотную часть раствора в делительную воронку вместимостью 150 см<sup>3</sup> и доливают соляной кислотой, разбавленной 7:3, до объема 10 см<sup>3</sup>. Добавляют в делительную воронку 1—2 капли раствора двухлористого олова до обесцвечивания раствора, перемешивают и оставляют на 1 мин. Затем добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотистокислого натрия, воронку закрывают пробкой и встряхивают 2 мин. После этого открывают воронку. Через 2 мин добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора мочевины и перемешивают 30 с. Затем добавляют 68 см<sup>3</sup> воды, 10 капель раствора кристаллического фиолетового, перемешивают, добавляют 25 см<sup>3</sup> толуола и экстрагируют в течение 1 мин.

После разделения фаз нижний водный слой отбрасывают, а органический слой переливают в сухой стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, содержащий 0,2 г безводного сернистого натрия, и измеряют оптическую плотность полученного экстракта на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром при длине волны 590 нм в кювете с толщиной слоя 2 см или на спектрофотометре в кювете с толщиной слоя 2 см при длине волны 610 нм. Раствором сравнения служит толуол.

Содержание сурьмы находят по градуировочному графику.

**Примечание.** Если анализ не будет закончен в течение дня, он может быть прерван после осаждения сурьмы с двуокисью марганца или после выпаривания раствора серной кислотой.

### 2.3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью по 150 см<sup>3</sup> вводят 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 3,5 см<sup>3</sup> раствора Б и доливают соляной

кислотой, разбавленной 7:3, до 10 см<sup>3</sup>. Прибавляют 1—2 капли раствора двухлористого олова, перемешивают и оставляют на 1 мин. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им концентрациям сурьмы строят градуировочный график.

### 3. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ С БРИЛЛИАНТОВЫМ ЗЕЛЕНЫМ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на экстракции толуолом окрашенного в сине-зеленый цвет гексохлоростибата бриллиантового зеленого и измерении оптической плотности экстракта.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 3:1 и 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:5.

Олово двухлористое, свежеприготовленный раствор 100 г/дм<sup>3</sup> в соляной кислоте, разбавленной 1:1.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4197, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Мочевина по ГОСТ 6691, насыщенный раствор; готовят следующим образом: 100 г мочевины растворяют в 100 см<sup>3</sup> горячей воды.

Бриллиантовый зеленый, раствор 2 г/дм<sup>3</sup>.

Толуол по ГОСТ 5789.

Сурьма по ГОСТ 1089, марки Су00.

Стандартные растворы сурьмы

Раствор А; готовят следующим образом: 0,05 г сурьмы растворяют при нагревании в 25 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г сурьмы.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1, и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г сурьмы. Раствор Б готовят в день применения.

Натрий серноокислый безводный по ГОСТ 4166.

### 3.3. Проведение анализа

0,1 г сплава растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, в стакане вместимостью 250 см<sup>3</sup>, накрытом часовым стеклом, при нагревании. После растворения навески часовое стекло и стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 3 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. Охладив раствор, обмывают стенки стакана небольшим количеством воды и повторяют выпаривание. К остатку приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 3:1, растворяют соли и раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, после чего доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1, и перемешивают.

В делительную воронку вместимостью 150 см<sup>3</sup> вводят 5 см<sup>3</sup> анализируемого раствора, добавляют две капли раствора хлористого олова, перемешивают и оставляют на 1 мин. Затем вводят 1 см<sup>3</sup> раствора азотистокислого натрия, хорошо перемешивают и оставляют на 5 мин. После этого добавляют 1 см<sup>3</sup> насыщенного раствора мочевины, перемешивают 30 с и разбавляют водой до 50 см<sup>3</sup>. Прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора бриллиантового зеленого, 30 см<sup>3</sup> толуола и экстрагируют, встряхивая в течение 1 мин.

После разделения фаз нижний водный слой отбрасывают, а органический слой переливают в сухой стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, содержащий 0,3—0,5 г обезвоженного сернистого натрия. Через 10 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 640 нм или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром при длине волны 590—610 нм в кювете с толщиной слоя 1 см. Раствором сравнения служит толуол. Содержание сурьмы находят по градуировочному графику.

#### 3.3.1. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью по 150 см<sup>3</sup> вводят 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, прибавляют две капли раствора двухлористого олова, перемешивают и оставляют на 1 мин. После этого вводят по 1 см<sup>3</sup> раствора азотистокислого натрия и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.

По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям сурьмы строят градуировочный график.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

$m_1$  — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений ( $d$  — сходимост) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля сурьмы, %	$d$ , %	$D$ , %
От 0,001 до 0,005 включ.	0,0005	0,0007
Св. 0,005 » 0,010 »	0,001	0,0014
» 0,010 » 0,02 »	0,002	0,003
» 0,02 » 0,05 »	0,003	0,004
» 0,05 » 0,10 »	0,006	0,008
» 0,1 » 0,2 »	0,01	0,014
» 0,2 » 0,3 »	0,02	0,03

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — воспроизводимост) не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

4.4.1—4.4.3. (Исключен, Изм. № 3).

## 5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

### 5.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот и измерении атомной абсорбции сурьмы в пламени ацетилен—воздух, используя излучение с длиной волны 231,1 нм, или измерении в тех же условиях атомной абсорбции сурьмы из среды органических растворителей после предварительного соосаждения ее на гидратированную двуокись марганца.

### 5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр со всеми принадлежностями.

Безэлектродная лампа или лампа с полым катодом для сурьмы.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 2:1, 1:1 и 1:5.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1, 1:2 и 1:100.

Смесь кислот соляной (1:1) и азотной (1:1) в соотношении 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 30 г/дм<sup>3</sup>.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435, раствор 80 г/дм<sup>3</sup>.

Перекись водорода по ГОСТ 10929.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Метилизобутилкетон.

Смесь этилового спирта и метилизобутилкетона, в соотношении 1:1.

Смесь этилового спирта, метилизобутилкетона и концентрированной соляной кислоты в соотношении 4,5:4,5:1.

Марганец металлический по ГОСТ 6008, с массовой долей сурьмы менее 0,0005 %.

Раствор марганца: 10 г марганца растворяют в 40 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, удаляют окислы азота кипячением, добавляют 250 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, доливают водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

10 см<sup>3</sup> раствора содержит 100 мг марганца.

Медь металлическая по ГОСТ 859 с массовой долей сурьмы менее 0,0005 %.

Раствор меди: 50,0 г меди растворяют в 400 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипячением удаляют окислы азота, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 100 мг меди.

Сурьма по ГОСТ 1089, марки Су 00.

Растворы сурьмы

Раствор А: 0,5 г сурьмы растворяют в 200 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и 2 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты.

После растворения и охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,5 мг сурьмы.

Раствор Б: 20 см<sup>3</sup> раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки соляной кислоты, разбавленной 1:5, и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,1 г сурьмы.

### 5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску сплава массой 5 г (при массовой доле сурьмы от 0,001 до 0,005 %) или 2 г (при массовой доле свыше 0,005 % до 0,05 %) помещают в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup> и растворяют в 50 или 20 см<sup>3</sup> смеси кислот. Раствор разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup>, нейтрализуют аммиаком до появления исчезающего во время перемешивания осадка, растворяют его по каплям азотной кислотой, разбавленной 1:2, и доливают водой до 300 см<sup>3</sup>.

Затем в раствор добавляют 2,5 см<sup>3</sup> раствора сернокислого марганца, нагревают до кипения, добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия и кипятят раствор 1 мин, для коагуляции осадка. Спустя 30 мин осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают горячей азотной кислотой, разбавленной 1:100.

Осадок смывают водой в стакан, в котором проводилось осаждение, и остаток на фильтре растворяют 30 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты, разбавленной 2:1, одновременно добавляя несколько капель перекиси водорода. Фильтр промывают горячей соляной кислотой (1:5), и раствор выпаривают на водяной бане до влажного остатка. К остатку прибавляют 5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и нагревают на водяной бане до растворения остатка, охлаждают и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, ополаскивают стакан смесью этилового спирта и метилизобутилкетона, доливают до метки этой же смесью и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию сурьмы в анализируемом растворе параллельно с растворами для построения градуировочного графика и раствором контрольного опыта в пламени ацетилен—воздух, ис-

пользуя излучение с длиной волны 231,1 нм. Нуль прибора устанавливают по смеси: соляная кислота, спирт этиловый и метилизобутилкетон.

5.3.2. При массовой доле сурьмы свыше 0,05 до 0,2 % навеску сплава массой 2 г растворяют при нагревании в стакане вместимостью 250 см<sup>3</sup> в 20 см<sup>3</sup> смеси кислот. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию сурьмы в анализируемом растворе параллельно с растворами для построения градуировочного графика и раствором контрольного опыта, используя излучение с длиной волны 231,1 нм. Нуль прибора устанавливают по воде.

### 5.3.3. Построение градуировочного графика

5.3.3.1. При массовой доле сурьмы от 0,001 до 0,005 % в семь из восьми стаканов вместимостью по 100 см<sup>3</sup> отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,05; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 мг сурьмы. Во все стаканы наливают по 10 см<sup>3</sup> раствора марганца и выпаривают на водяной бане до влажного остатка, который растворяют в 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и далее поступают, как указано в пункте 5.3.1.

5.3.3.2. При массовой доле сурьмы свыше 0,05 до 0,2 % в пять из шести мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А, что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 мг сурьмы. Во все колбы наливают раствор меди в соответствии с ее концентрацией в анализируемом растворе, доливают соляной кислоты, разбавленной 1:5, до метки, перемешивают и поступают, как указано в п. 2.4.2.

## 5.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2)}{m} V \cdot 100,$$

где  $C_1$  — концентрация сурьмы в анализируемом растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$C_2$  — концентрация сурьмы в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы, г.