

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ
Методы определения сурьмы

Non-tin bronze.
 Methods for the determination of antimony

ГОСТ
15027.9-77

[СТ СЭВ 1542-79]

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.79
до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы с кристаллическим фиолетовым (при массовой доле сурьмы от 0,001 до 0,6%), экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы с бриллиантовым зеленым (при массовой доле сурьмы от 0,1 до 0,65%) и атомно-абсорбционный метод определения сурьмы (при массовой доле сурьмы от 0,001 до 0,05% и от 0,05 до 0,6%) в бронзах безоловянных по ГОСТ 18175-78, ГОСТ 17328-78 и ГОСТ 493-79..
 (Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа—по ГОСТ 25086-87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1-77.
 (Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ С КРИСТАЛЛИЧЕСКИМ ФИОЛЕТОВЫМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на экстракции пентавалентной сурьмы толуолом в виде гексахлорстибата кристаллического фиолетового и измерении оптической плотности экстракта после выделения сурьмы соосаждением ее с двуокисью марганца и растворения осадка в соляной кислоте.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 7:3, 3:1 и 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:5 и раствор 0,25 моль/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор 10 г/дм³.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435—77, раствор 50 г/дм³.

Олово двуххлористое ТУ 6—09—5384—88, раствор 100 г/дм³ в соляной кислоте, разбавленной 1:1.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор 100 г/дм³.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, насыщенный раствор; готовят следующим образом: 100 г мочевины растворяют в 100 см³ горячей воды.

Кристаллический фиолетовый, раствор 2 г/дм³.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Церий (IV) сернокислый, раствор 0,4 г/дм³ в 0,25 моль/дм³ серной кислоте.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, раствор 1 г/дм³.

Сурьма по ГОСТ 1089—82 марки Су00.

Растворы сурьмы.

Раствор А; готовят следующим образом; 0,1 г сурьмы растворяют при нагревании в 50 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, приливают 175 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г сурьмы.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 70 см³ концентрированной соляной кислоты, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г сурьмы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску бронзы массой, указанной в табл. 1, растворяют при нагревании в 5—10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, в стакане вместимостью 250 см³, накрытом часовым стеклом. Раствор охлаждают, часовое стекло ополаскивают водой. Раствор разбавляют водой до объема 50 см³. При анализе кремнистой брон-

зы навеску сплава 0,5 г помещают в платиновую чашку, прибавляют 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 2 см³ фтористоводородной кислоты и нагревают до растворения. После охлаждения стенки чашки обмывают небольшим количеством воды, добавляют 3 см³ 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 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, переводят раствор в стакан вместимостью 250 см³ и разбавляют водой до объема 50 см³, далее (для обычной и для кремнистой бронзы) полученный раствор нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроокиси меди, не исчезающего во время перемешивания, и добавляют пипеткой 0,5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, затем добавляют 1 см³ раствора марганцовокислого калия, стакан накрывают часовым стеклом и раствор нагревают почти до кипения. Затем добавляют 1 см³ раствора сернокислого марганца и кипятят 2 мин. Раствор оставляют на 1 ч, после чего осадок отфильтровывают на плотный фильтр, промывая стакан и осадок 4—5 раз горячей азотной кислотой, разбавленной 1:100, до исчезновения окраски азотно-кислой меди.

Фильтр с осадком переносят в стакан, в котором проводилось осаждение, прибавляют 10—15 см³ концентрированной серной кислоты, 20—25 см³ концентрированной азотной кислоты и выпаривают раствор до начала выделения густого белого дыма серной кислоты. Если раствор окрашен, добавляют еще 5—10 см³ 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 см³ соляной кислоты, разбавленной 7:3, и нагревают при температуре 80—95°C до полного растворения солей. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100—150 см³, обмывают стакан 3 см³ соляной кислоты, разбавленной 7:3, и доводят ею объем раствор до 10 см³. При массовой доле сурьмы свыше 0,01% раствор переносят в соответствующую мерную колбу (табл. 1) и разбавляют до метки соляной кислотой, разбавленной 7:3.

В этом случае отбирают указанную в табл. 1 аликвотную часть раствора в делительную воронку вместимостью 150 см³ и доливают соляной кислотой, разбавленной 7:3, до объема 10 см³. Добавляют в делительную воронку 1—2 капли раствора двухлористого олова до обесцвечивания раствора, перемешивают и оставляют на 1 мин. Затем добавляют 1 см³ раствора азотистокислого натрия, воронку закрывают пробкой и встряхивают 2 мин. От-

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см ³	Объем раствора, см ³
От 0,001 до 0,005	1	весь	—
Св. 0,005 » 0,01	0,5	весь	—
» 0,01 » 0,05	1	10	100
» 0,05 » 0,1	1	5	100
» 0,1 » 0,2	0,5	10	250
» 0,2 » 0,4	0,5	5	250
» 0,4 » 0,6	0,2	5	250

крывают воронку. Через 2 мин добавляют 1 см³ раствора мочевины и перемешивают 30 с. Затем добавляют 68 см³ воды, 10 капель раствора кристаллического фиолетового, перемешивают, добавляют 25 см³ толуола и экстрагируют в течение 1 мин.

По другому варианту добавляют к 10 см³ солянокислого раствора в делительной воронке 0,5 см³ раствора церия (IV), перемешивают, через 1 мин добавляют 1 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, перемешивают и спустя минуту добавляют 60 см³ воды. Раствор перемешивают, прибавляют 50 см³ толуола, 10 капель кристаллического фиолетового и экстрагируют в течение 1 мин.

После разделения фаз нижний водный слой отбрасывают, а органический слой переливают в сухой стакан вместимостью 50 см³, содержащий 0,2 г безводного сернокислого натрия.

Измеряют оптическую плотность полученного экстракта на фотоколориметре с красным светофильтром ($\lambda = 590\text{--}610$ нм) в кювете длиной 2 см или на спектрофотометре в кювете длиной 1 см при длине волны 610 нм. Раствором сравнения служит толуол.

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

Содержание сурьмы находят по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью по 150 см³ вводят 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б и доливают соляной кислотой, разбавленной 7:3, до 10 см³. 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 величинам оптических плотностей растворов и соответствующим им концентрациям сурьмы строят градуировочный график.

2.3.1—2.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

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

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

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

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допустимых значений, приведенных в табл. 1а.

Таблица 1а

Массовая доля сурьмы, %	d , %	D , %
От 0,001 до 0,005 включ.	0,0005	0,001
Св. 0,005 » 0,01	0,001	0,002
» 0,01 » 0,025	0,002	0,005
» 0,025 » 0,05	0,004	0,01
» 0,05 » 0,10	0,010	0,02
» 0,10 » 0,20	0,020	0,05
» 0,20 » 0,65	0,040	0,10

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1а.

2.4.4. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, сопоставлением результатов, полученных фотометрическим и атомно-абсорбционным методами или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086—87.

2.4.3, 2.4.4. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

3. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ С БРИЛЛИАНТОВЫМ ЗЕЛЕНЫМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на экстракции толуолом окрашенного в синезеленый цвет гексахлорстибата бриллиантового зеленого и измерении оптической плотности экстракта.

Метод позволяет определять сурьму на фоне всех компонентов бронзы без их предварительного отделения.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектродориметр или спектрофотометр.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 3:1 и 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:5.

Олово двуххлористое по ТУ 6—09—5384—88, свежеприготовленный раствор 100 г/дм³ в соляной кислоте, разбавленной 1:1.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор 100 г/дм³.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, насыщенный раствор: готовят следующим образом: 100 г мочевины растворяют в 100 см³ горячей воды.

Бриллиантовый зеленый, раствор 2 г/дм³.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Сурьма по ГОСТ 1089—82 марки Су00.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,05 г сурьмы растворяют при нагревании в 25 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г сурьмы.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1, и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г сурьмы.

Раствор Б готовят в день применения.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску бронзы массой 0,1 г растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, в стакане вместимостью 250 см³, накрытом часовым стеклом, при нагревании. После растворения навески часовое стекло и стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 3 см³ концентрированной серной кислоты и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Охладив раствор, обмывают стенки стакана небольшим количеством воды и повторяют выпаривание. К остатку приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 3:1, растворяют соли и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, после чего доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1, и перемешивают.

В делительную воронку вместимостью 150 см³ отбирают 5 см³ анализируемого раствора, добавляют две капли раствора хлористого олова, перемешивают и оставляют на 1 мин. Затем вводят 1 см³ раствора азотистокислого натрия, хорошо перемешивают и оставляют на 5 мин. После этого добавляют 1 см³ раствора моче-

вины, перемешивают 30 с и разбавляют водой до 50 см³. Затем вводят 1 см³ раствора бриллиантового зеленого, 30 см³ толуола и экстрагируют, встряхивая в течение 1 мин.

После раздела фаз нижний водный слой отбрасывают, а органический слой переливают в сухой стакан вместимостью 50 см³, содержащий 0,2 г безводного серноокислого натрия. Через 10 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 640 нм или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром при $\lambda = 590\text{—}610$ нм в кювете длиной 1 см. Раствором сравнения служит толуол. Содержание сурьмы находят по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью по 150 см³ вводят 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 3,5 см³ раствора Б и доливают соляной кислотой, разбавленной 3:1, до 5 см³. Прибавляют две капли раствора двухлористого олова, затем перемешивают и оставляют на 1 мин. После этого вводят по 1 см³ раствора азотнокислого натрия и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

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 — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1а.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1а.

4.4. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

4.3, 4.4. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ СУРЬМЫ от 0,001 до 0,05%)

5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами сурьмы, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух после предварительного выделения сурьмы соосаждением ее с двуокисью марганца.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для сурьмы.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1 и 1,5 моль/дм³ раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:4 и раствор 2,5 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор 1 моль/дм³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Марганец азотнокислый по ОСТ 6—09—4011—75, раствор 20 г/дм³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор 10 г/дм³.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Сурьма по ГОСТ 1089—82 с массовой долей сурьмы не менее 99,9%.

Стандартные растворы сурьмы

Раствор А; готовят следующим образом: 0,25 г сурьмы растворяют при нагревании в 10 см³ серной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают до метки раствором 2,5 моль/дм³ серной кислоты.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г сурьмы.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки раствором 2,5 моль/дм³ серной кислоты.

1 см³ раствора Б содержит 0,00005 г сурьмы.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Для бронз с массовой долей кремния до 0,05%

Навеску бронзы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Окислы азота удаляют кипячением и раствор разбавляют водой до объема 50 см³. Добавляют 5 см³ раствора азотнокислого марганца, раствор нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроокиси меди, добавляют 18 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и воды до объема 90 см³. Раствор нагревают до кипения, добавляют 10 см³ раствора марганцовокислого калия и кипятят 2 мин. Через 30 мин осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают стакан и осадок 4—5 раз горячим раствором 1,5 моль/дм³ азотной кислоты. Осадок с разверну-

того фильтра смывают водой в стакан, в котором проводили осаждение, фильтр промывают 10 см³ горячего раствора серной кислоты, разбавленной 1:4, содержащего несколько капель раствора перекиси водорода, а затем водой.

Промытый фильтр отбрасывают, а раствор выпаривают до влажных солей. После охлаждения добавляют 8 см³ раствора 1 моль/дм³ соляной кислоты, при массовой доле сурьмы до 0,02% раствор переносят в мерную колбу или градуировочную пробирку вместимостью 10 см³, а при массовой доле сурьмы свыше 0,02% раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³ и доливают до метки раствором 1 моль/дм³ соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию сурьмы в пламени ацетилен-воздух при длине волны 217,6 или 231,1 нм параллельно с градуировочными растворами.

5.3.2. Для бронз, с массовой долей кремния свыше 0,05%

Навеску бронзы массой 2 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см³ фтористоводородной кислоты. После растворения добавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки чашки ополаскивают 20 см³ воды, нагревают раствор, переносят в стакан вместимостью 250 см³, доливают водой до объема 50 см³, добавляют 5 см³ раствора азотнокислого марганца и далее анализ проводят, как указано в п. 5.3.1.

5.3.3. Построение градуировочного графика

В семь из восьми стаканов вместимостью по 250 см³ помещают 0,4; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б. Во все стаканы добавляют воды до объема 50 см³, добавляют по 5 см³ раствора азотнокислого марганца и далее анализ проводят, как указано в п. 5.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю сурьмы (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация сурьмы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1а.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1а.

5.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

5.4.3, 5.4.4. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ СУРЬМЫ от 0,05 до 0,6%)

6.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами сурьмы, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для сурьмы.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 2 и 1 моль/дм³.

Смесь кислот; готовят следующим образом: объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Сурьма по ГОСТ 1089—82 с массовой долей сурьмы не менее 99,9%.

Стандартный раствор сурьмы; готовят следующим образом: 0,25 г сурьмы растворяют при нагревании в 10 см³ серной кислоты, раствор охлаждают, разбавляют раствором 2 моль/дм³ соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают до метки раствором 2 моль/дм³ соляной кислоты.

1 см³ раствора содержит 0,0005 г сурьмы.

6.3. Проведение анализа

6.3.1. Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ смеси кислот. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки раствором 1 моль/дм³ соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию сурьмы в пламени ацетилен-воздух при длине волны 217,6 или 231,1 нм параллельно с градуировочными растворами.

6.3.2. Построение градуировочного графика

В девять из десяти мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,4; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 14,0 см³ стандартного раствора сурьмы и доливают до метки 2 моль/дм³ раствором соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию сурьмы как указано в п. 6.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Массовую долю сурьмы (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация сурьмы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

6.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1а.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1а.

6.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

6.4.3, 6.4.4. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**ИСПОЛНИТЕЛИ**

Ю. Ф. Шевакин, д-р. техн. наук; Н. В. Егнazarова; И. А. Воробьева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.77 № 1614**3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.9—69****4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1542—79****5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ТУ 6—09—5384—88	2.2, 3.2
ГОСТ 435—77	2.2
ГОСТ 493—79	Вводная часть
ГОСТ 1089—82	2.2, 3.2, 5.2, 6.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 5.2, 6.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2
ГОСТ 4166—79	2.2, 3.2
ГОСТ 4197—74	2.2, 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2, 5.2, 6.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 5.2, 6.2
ГОСТ 5456—79	2.2
ГОСТ 5789—78	2.2, 3.2
ТУ 6—09—4011—75	5.2
ГОСТ 6691—77	2.2
ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2, 5.2
ГОСТ 10929—76	5.2
ГОСТ 17328—78	Вводная часть
ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 20490—75	2.2, 5.2
ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4

6. Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 25.03.88 № 758**7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1988 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)**