ГОСТ 11930.12—79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.791.92.04:546.86.06:006.354 Группа В09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Метод определения сурьмы

Hard-facing materials.
Method of antimony determination

ГОСТ 11930.12—79

МКС 25.160.20
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 дата введения установлена

01.07.80

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения сурьмы (при массовой доле сурьмы от 0,01 до 0,2 %) в прутках для наплавки.

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения пятивалентной сурьмы с метиловым фиолетовым и экстракции последнего толуолом.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 11930.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр марок ФЭК-56М и ФЭК-56 или любого типа.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4168—79, раствор с массовой долей 10 %.

Мочевина по ГОСТ 6691—77; готовят следующим образом: 100 г растворяют в 100 $см^3$ горячей воды.

Метиловый фиолетовый; готовят следующим образом: 0,2 г растворяют в 100 $см^3$ горячей воды и фильтруют.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Сурьма по ГОСТ 1089—82.

Раствор сурьмы стандартный; готовят следующим образом: 0,05 г металлической сурьмы растворяют в 25 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доливают 25 $см^3$ концентрированной серной кислоты, затем доливают водой до метки и перемешивают.

Для приготовления рабочего раствора стандартный раствор сурьмы разбавляют в 10 раз.

1 $см^3$ раствора содержит 0,00001 г сурьмы.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (август 2011 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—85, 3—90)

© Издательство стандартов, 1979
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Масса навески, вместимость мерной колбы и аликвотная часть раствора в зависимости от массовой доли сурьмы должны соответствовать табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, $см^3$	Объем аликвотной части, $см^3$
0,01—0,02	0,3	—	—
0,03—0,07	0,1	—	—
0,08—0,2	0,2	50	10

Навеску помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в 20 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:4, с последующим добавлением 1 $см^3$ азотной кислоты. Раствор выпаривают дважды до паров серного ангидрида. В стакан приливают 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, переносят содержимое стакана в делительную воронку, ополаскивают стакан небольшим количеством воды так, чтобы объем раствора в делительной воронке был не более 25 $см^3$. Затем вводят 1 $см^3$ раствора азотистокислого натрия, взбалтывают раствор в течение 2 мин и оставляют его на 3 мин не более, для окисления сурьмы.

В делительную воронку приливают 0,5 $см^3$ раствора мочевины, хорошо взбалтывают (без пробки) раствор не более 30 с, быстро добавляют 40 $см^3$ воды, 0,25 $см^3$ метилового фиолетового, быстро перемешивают (закрыв пробкой) три раза и тотчас же вливают 25 $см^3$ толуола и снова тщательно встряхивают в течение 2 мин.

После разделения слоев водный слой сливают и отбрасывают, а окрашенный экстракт переводят в кювету с толщиной поглощающего слоя 30 мм. Слою толуола дают еще постоять 5 мин для окончательного отделения капелек воды и измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda = 540$ нм).

Все операции после приливания нитрита натрия должны выполняться быстро.

3.2. Построение градуировочного графика

В делительную воронку помещают стандартный раствор сурьмы в количестве от 2 до 8 $см^3$ с интервалом 1 $см^3$, 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, затем приливают 1 $см^3$ раствора азотистокислого натрия и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot 100V}{V_1 m_1},$$

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

m_1 — масса навески, г;

V — объем анализируемого раствора, $см^3$;

V_1 — аликвотная часть анализируемого раствора, $см^3$.

4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля сурьмы, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,010 до 0,100 включ.	0,002	0,004
Св. 0,100 » 0,200 »	0,005	0,010

(Измененная редакция, Изм. № 2).

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 11930.0—79	Материалы наплавочные. Общие требования к методам анализа	3
ГОСТ 11930.1—79	Материалы наплавочные. Методы определения углерода	7
ГОСТ 11930.2—79	Материалы наплавочные. Метод определения серы	15
ГОСТ 11930.3—79	Материалы наплавочные. Метод определения кремния	21
ГОСТ 11930.4—79	Материалы наплавочные. Метод определения хрома	27
ГОСТ 11930.5—79	Материалы наплавочные. Методы определения марганца	31
ГОСТ 11930.6—79	Материалы наплавочные. Методы определения никеля	37
ГОСТ 11930.7—79	Материалы наплавочные. Методы определения железа	43
ГОСТ 11930.8—79	Материалы наплавочные. Метод определения фосфора	49
ГОСТ 11930.9—79	Материалы наплавочные. Методы определения бора	53
ГОСТ 11930.10—79	Материалы наплавочные. Метод определения вольфрама	59
ГОСТ 11930.11—79	Материалы наплавочные. Метод определения молибдена	63
ГОСТ 11930.12—79	Материалы наплавочные. Метод определения сурьмы	67

СВАРКА. ПАЙКА И ТЕРМИЧЕСКАЯ РЕЗКА МЕТАЛЛОВ

Часть 8

Материалы наплавочные

БЗ 8—2010

Редактор *М. И. Максимова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Е. Ю. Митрофанова*
Компьютерная верстка *А. П. Финогеновой*

Сдано в набор 18.02.2011. Подписано в печать 16.09.2011. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 8,37. Уч.-изд. л. 7,35. Тираж 250 экз. Зак. 655. Изд. № 3986/2.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
info@gostinfo. ru

Набрано и отпечатано в Калужской типографии стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.

gost.e-ecolog.ru