

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Метод определения сурьмы

Hard-facing materials.
Method of antimony determination

ГОСТ
11930.12-79*

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 срок введения установлен

с 01.07.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 13.12.84 № 4262 срок действия продлен

до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения сурьмы (при массовой доле сурьмы от 0,01 до 0,2%) в прутках для наплавки марки Пр-ВЗК-Р по ГОСТ 21449-75.

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

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, 10%-ный раствор.

Мочевина по ГОСТ 6691-77; готовят следующим образом: 100 г растворяют в 100 см³ горячей воды.

Издание официальное

Переиздана воспрещена

* Переиздание (январь 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1984 г. (ИУС 3-85).



Метилловый фиолетовый; готовят следующим образом: 0,2 г растворяют в 100 см³ 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 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают 25 см³ концентрированной серной кислоты, затем доливают водой до метки и перемешивают.

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

1 см³ раствора содержит 0,00001 г сурьмы.

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 см³ и растворяют в 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, с последующим добавлением 1 см³ азотной кислоты. Раствор выпаривают дважды до паров серного ангидрида. В стакан приливают 10 см³ 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 см³. Затем вводят 1 см³ 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 см³ раствора мочевины, хорошо взбалтывают (без пробки) раствор не более 30 с, быстро добавляют 40 см³ воды, 0,25 см³ метилового фиолетового, быстро перемешивают (закрыв пробкой) три раза и тотчас же вливают 25 см³ 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 фотоколориметре 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 см³ с интервалом 1 см³, 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, затем приливают 1 см³ 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, см³;

V_1 — аликвотная часть анализируемого раствора, см³.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, при доверительной вероятности $P=0,95$, не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,1	0,002
Св. 0,1 до 0,2	0,005

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 11930.12—79 Материалы наплавочные. Метод определения сурьмы

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 20.12.89 № 3905

Дата введения 01.07.90

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слова: «марки Пр-ВЗК-Р по ГОСТ 21449—75».

Раздел 2. Пятый абзац. Заменить слова: «10%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов ана-

(Продолжение см. с. 54)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11930.12—79)

лиза при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать значений допустимых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

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

(ИУС № 3 1990 г.)