

ГОСТ 11930.12—79

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

---

# МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2011

**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<sup>3</sup> горячей воды.

Метиловый фиолетовый; готовят следующим образом: 0,2 г растворяют в 100 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают 25 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, затем доливают водой до метки и перемешивают.

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

1 см<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup>	Объем аликвотной части, см <sup>3</sup>
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<sup>3</sup> и растворяют в 20 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:4, с последующим добавлением 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Раствор выпаривают дважды до паров серного ангидрида. В стакан приливают 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>. Затем вводят 1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> раствора мочевины, хорошо взбалтывают (без пробки) раствор не более 30 с, быстро добавляют 40 см<sup>3</sup> воды, 0,25 см<sup>3</sup> метилового фиолетового, быстро перемешивают (закрыв пробкой) три раза и тотчас же вливают 25 см<sup>3</sup> 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. Слюю 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 прилиивания нитрита натрия должны выполняться быстро.

#### 3.2. Построение градуировочного графика

В делительную воронку помещают стандартный раствор сурьмы в количестве от 2 до 8 см<sup>3</sup> с интервалом 1 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, затем приливают 1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$V_1$  — аликвотная часть анализируемого раствора, см<sup>3</sup>.

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).

## С О Д Е Р Ж А Н И Е

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**

## **Ч а с т ь 8**

### **Материалы наплавочные**

**Б3 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 $\frac{1}{8}$ . 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.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

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