

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОПРИМЕСЕЙ СУРЬМЫ, СВИНЦА,
ОЛОВА, ЦИНКА И КАДМИЯ**

ГОСТ 12362-79

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**Методы определения микропримесей сурьмы, свинца, олова, цинка и кадмия**

Alloy and high-alloy steels.
 Methods for determination of stibium,
 lead, tin, zinc and cadmium

ГОСТ
12362-79*

Взамен
 ГОСТ 12362-66

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 12 ноября 1979 г. № 4289 срок введения установлен

с 01.01.81

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта от 20.06.85
 № 1809 срок действия продлен

до 01.01.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения сурьмы, свинца, олова, цинка и кадмия в легированных и высоколегированных сталях.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20560—81.

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ {0,0002—0,01%} В СТАЛЯХ, СОДЕРЖАЩИХ НЕ БОЛЕЕ 3% ВОЛЬФРАМА И НЕ БОЛЕЕ 3% ТИТАНА

2.1. Сущность метода

Метод основан на реакции взаимодействия аниона сурьмы $[SbCl_6]$ с бриллиантовым зеленым в среде 1 М соляной и 1 М серной кислот с образованием комплексного соединения, окрашенного в сине-зеленый цвет, экстрагируемого толуолом. Измерение светопоглощения экстракта проводят при $\lambda_{max}=640$ нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр, спектрофотоколориметр или фотоэлектроколориметр.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



* Переиздание (декабрь 1986 г. с Изменением № 1, утвержденным в июне 1985 г. (ИУС 9—85).

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или ГОСТ 14261—77 и разбавленная 1:1 и 1:5.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—78 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или ГОСТ 14262—78.

Смесь соляной и азотной кислот (свежеприготовленная): к 150 см³ соляной кислоты приливают 50 см³ азотной кислоты и перемешивают.

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

Мочевина по ГОСТ 6691—77, насыщенный раствор: 100 г мочевины помещают в стакан вместимостью 250—300 см³ и растворяют в 100 см³ воды.

Олово хлористое по ГОСТ 36—78, раствор 250 г/дм³ в соляной кислоте, разбавленной 1:5.

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610—79 или нормативно-технической документации.

Бриллиантовый зеленый, раствор 5 г/дм³: 0,5 г бриллиантового зеленого растворяют в 100 см³ этилового спирта, разбавленного водой в соотношении 1:3.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Сурьма марки Су00 по ГОСТ 1089—82.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А: 0,05 г сурьмы растворяют в 25 см³ серной кислоты при нагревании. Раствор охлаждают, приливают еще 25 см³ серной кислоты, осторожно при непрерывном перемешивании раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, содержащую 300 см³ воды, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора А содержит 0,0001 г сурьмы.

Раствор Б: 5 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 30 см³ воды, 5 см³ серной кислоты при непрерывном перемешивании раствора, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора Б содержит 0,00001 г сурьмы.

Раствор готовят в день употребления.

Раствор В: 5 см³ стандартного раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 30 см³ воды, 5 см³ серной кислоты при непрерывном перемешивании раствора, охлаждают, доливают до метки водой, перемешивают.

1 см³ стандартного раствора В содержит 0,000001 г сурьмы.

Раствор готовят в день употребления.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Массу навески стали в зависимости от массовой доли сурьмы определяют по табл. 1.

Навеску помещают в стакан вместимостью 250—300 см³ или колбу вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ смеси соляной и азотной кислот и 5 см³ серной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом и растворяют навеску при умеренном нагревании. Раствор выпаривают до начала выделения паров серной кислоты, охлаждают.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Масса навески г	Объем раствора после разбавления см ³	Объем аликвотной части раствора см ³	Масса навески стали соответствующая аликвотной части раствора г
От 0,0002 до 0,0005	0,5	20	Весь	0,5
Св 0,0005 *	0,5	20	Весь	0,5
* 0,001 *	0,25	20	Весь	0,25
* 0,0025 *	0,25	50	10	0,05
* 0,005 *	0,25	50	10	0,05

При массовой доле сурьмы от 0,0002 до 0,0025 % к содержимому стакана приливают 15 см³ соляной кислоты (1:1), умеренно нагревают до растворения солей и охлаждают. К раствору приливают от 1 до 5 см³ раствора хлористого олова до полного восстановления железа (III), от 2 до 5 см³ раствора азотистокислого натрия до просветления раствора и установления неизменяющейся его окраски, дают ему постоять 3 мин. Затем приливают 1 см³ насыщенного раствора мочевины, перемешивают раствор и переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³. К раствору приливают 50—60 см³ воды, 15 капель раствора 5 г/дм³ бриллиантового зеленого, 10 см³ толуола, после чего воронку с раствором энергично встряхивают в течение 1 мин. Толуольному и водному слоям дают отстояться в течение 0,5 мин, водный слой сливают, а толуольный отфильтровывают через вату в кювету с толщиной слоя 10 мм и через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при $\lambda_{\max} = 640$ нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 610 до 700 нм.

В качестве раствора сравнения используют толуол. Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Содержание сурьмы находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

При массовой доле сурьмы свыше 0,0025 до 0,01 % навеску пробы после выпаривания с серной кислотой растворяют в 15 см³ соляной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают соляной кислотой (1:1) до метки и перемешивают. Аликвотную часть раствора (табл. 1) помещают в стакан и далее анализ проводят, как указано выше.

(Измененная редакция, Изд. № 1).