УДК 669.65.018.24 : 546.74.06(083.74) Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БАББИТЫ ОЛОВЯННЫЕ И СВИНЦОВЫЕ

Метод определения содержания никеля

Tin and lead babbits. Method for the determination of nickel content

ГОСТ 21877.11—76

Взамен ГОСТ 1380.6—70

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 мая 1976 г. № 1264 срок действия установлен

с 01.01. 1978 г.
до 01.01. 1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на оловянные и свинцовые баббиты и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания никеля (при содержании никеля от 0,1 до 0,5%).

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и бромистоводородной кислот с бромом. Олово и сурьму отгоняют в виде бромидов, свинец удаляют в виде хлорида. Измеряют оптическую плотность окрашенного соединения никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде при длине волны 520—550 нм. Медь связывают в комплекс трилоном Б.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 21877.0—76.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со всеми принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 и разбавленная 1 : 1.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—67.

Бром по ГОСТ 4109—64.

Смесь для растворения; готовят следующим образом: смешивают 45 мл бромистоводородной кислоты, 45 мл соляной кислоты и 10 мл брома.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—64, 30%-ный раствор.

Калия гидрат окиси по ГОСТ 4203—65, 5%-ный раствор.

gost.e-ecolog.ru

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—70, 5%-ный раствор.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, 5%-ный раствор.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—67, 1%-ный раствор в 5%-ном растворе гидроокиси калия.

Соль динатриевая этилендиамин- N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 2%-ный раствор; готовят следующим образом: 20,0 г трилона Б растворяют в воде, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят водой до метки и перемешивают.

Никель, стандартный раствор; готовят следующим образом: 0,1 г металлического никеля по ГОСТ 849—70 растворяют в 40—50 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и 10—20 мл перекиси водорода. После растворения содержимое стакана выпаривают досуха, добавляют 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и снова выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 100 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора содержит 0,1 мг никеля.

Раствор меди; готовят следующим образом: 1,0 г электролитической меди растворяют в 50 мл азотной кислоты при слабом нагревании, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора содержит 0,001 г меди.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В стакан вместимостью 250 мл помещают 0,5 г пробы и растворяют в 15 мл смеси для растворения.

После растворения пробы содержимое стакана выпаривают досуха, прибавляют 5 мл смеси для растворения и снова выпаривают досуха. Эту операцию повторяют дважды.

К сухому остатку прибавляют 5 мл соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3, 2—3 капли перекиси водорода и снова выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют. Прибавляют 2 мл соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3, 50 мл воды, нагревают до растворения солей, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

Полученный раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности, отбрасывая первые порции фильтрата.

Отбирают аликвотную часть в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Содержание никеля, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, мл	Объем аликвотной части, мл
От 0,10 до 0,20	0,5	100	10
Св. 0,20 до 0,50	0,5	100	5

Аликвотную часть раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, добавляют воду до объема 10 мл, 2 мл раствора калия-натрия виннокислого, 10 мл раствора гидроокиси калия, 2 мл раствора надсернокислого алюминия и 5 мл раствора диметилглиоксима. После прибавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают. Полученный раствор оставляют на 7—10 мин. По истечении указанного времени прибавляют 5 мл раствора трилона Б, перемешивают, доводят водой до метки и через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора при 520—550 нм, пользуясь кюветами длиной 1 см. Раствором сравнения служит вода. В раствор контрольного опыта добавляют раствор меди в том же количестве, что и в раствор, используемый для построения градуировочного графика.

3.2. Построение градуировочного графика

В восемь мерных колб вместимостью по 50 мл каждая вносят 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4 мл стандартного раствора никеля, прибавляют по 1,5 мл раствора меди при анализе баббита марки Б88, по 1,0 или 0,5 мл — при анализе баббита марки БН (в зависимости от величины аликвотной части раствора) и продолжают анализ, как указано в п. 3.1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание никеля (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — количество никеля, найденное по градуировочному графику, г;

V — объем исходного раствора, мл;

V_1 — объем аликвотной части исходного раствора, мл;

m_1 — масса навески пробы, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Содержание никеля	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,10 до 0,20	0,02
Св. 0,20 „ 0,40	0,04
„ 0,40 „ 0,50	0,05

Изменение № 1 ГОСТ 21877.11—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания никеля

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.02.83 № 805 срок введения установлен

с 01.07.83

Наименование стандарта. Заменить слово: «Метод» на «Методы»; «Method» на «Methods».

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на $см^3$.

Вводную часть после слова «фотоколориметрический» дополнить словами: «и атомно-абсорбционный»; заменить слово: «метод» на «методы».

Стандарт дополнить разделом — 2*а* (после разд. 2):

«2а. Фотометрический метод определения содержания никеля

2а.1. Сущность метода

Метод основан на растворении баббитов в смеси соляной и бромистоводородной кислот с бромом. Олово и сурьму отгоняют в виде бромидов, свинец удаляют в виде хлорида.

Измеряют оптическую плотность окрашенного соединения никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде при длине волны 520—550 нм. Медь связывают в комплексе трилоном Б».

Раздел 2. Заменить ссылки: ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 2062—67 на ГОСТ 2062—77, ГОСТ 4109—64 на ГОСТ 4109—79, ГОСТ 10929—64 на ГОСТ 10929—76, ГОСТ 4203—65 на ГОСТ 24363—80, ГОСТ 5845—70 на ГОСТ 5845—79, ГОСТ 5828—67 на ГОСТ 5828—77, ГОСТ 849—70 на ГОСТ 492—73.

Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Атомно-абсорбционный метод определения содержания никеля

5.1. Сущность метода

Метод основан на избирательном поглощении света от стандартного источника атомами никеля. Раствор распыляют в ацетиленово-воздушное пламя атомно-абсорбционного спектрометра и измеряют абсорбцию при длине волны 232,0 нм.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппаратура и реактивы те же, что при определении меди (ГОСТ 21877.3—76) и, кроме того:

Никель металлический по ГОСТ 492—73.

Стандартный раствор никеля: готовят следующим образом: 0,1000 г металлического никеля растворяют в 30 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,1 мг никеля.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску баббита массой, указанной в табл. 3, помещают в стакан из фторопласта и приливают небольшими порциями 10 см³ смеси для растворения. Далее проводят анализ, как указано в ГОСТ 21877.3—76.

Таблица 3

Содержание никеля, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, см³
От 0,1 до 0,2 включ.	0,5	50
Св. 0,2 » 0,4 »	0,5	100
» 0,4 » 0,5 »	0,3	100

Полученный раствор распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрометра и фотометрируют при длине волны 232,0 нм в условиях, указанных в ГОСТ 21877.3—76.

Концентрацию никеля устанавливают по градуировочному графику, фотометрируя одновременно с анализируемыми растворами серию растворов с известным содержанием никеля.

5.3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ отмеривают микробюреткой 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора никеля, приливают 10 см³ смеси для растворения, доводят водой до метки и перемешивают.

Фотометрируют растворы так же, как и анализируемые растворы.

По полученным средним значениям абсорбции и известным содержаниям никеля строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Содержание никеля (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot 10^6},$$

где C — концентрация никеля в фотометрируемом растворе, мкг/мл;

V — объем фотометрируемого раствора, см³;

m — масса навески баббита, г;

10^6 — коэффициент пересчета микрограммов в граммы.

5.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Содержание никеля, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,1 до 0,2 включ.	0,02
Св. 0,2 до 0,4 »	0,04
» 0,4 » 0,5 »	0,06

(ИУС № 6 1983 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 21877.11—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания никеля

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.06.87 № 2464

Дата введения 01.03.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Наименование стандарта. Исключить слово: **«содержания»**, **«content»**.

Пункт 2. Заменить слова: «30 %-ный раствор» на «раствор 300 г/дм³», «5 %-ный раствор» на «раствор 50 г/дм³», «1 %-ный раствор» на «раствор 10 г/дм³», «2 %-ный раствор» на «раствор 20 г/дм³».

Пункт 3.1 дополнить абзацем (перед первым): «Фотоколориметрический метод определения никеля без отделения меди и свинца электролизом».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1.1: «3.1.1. Фотоколориметрический метод определения никеля после отделения меди и свинца электролизом (после определения кадмия комплексонометрическим методом).

Разложение баббита ведут в соответствии с ГОСТ 21877.9—76.

Для определения никеля в стакан вместимостью 100 см³ отбирают 5 см³ раствора, прибавляют 5 см³ сегнетовой соли (калий-натрий виннокислый, 4-водный), 5 см³ раствора гидроокиси калия, 5 см³ раствора диметилглиоксима. После добавления каждого реактива раствор тщательно перемешивают. Оставляют раствор на 10 мин, прибавляют 5 см³ раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм³, перемешивают, доводят до метки водой в мерной колбе вместимостью 50 см³. Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора в кювете с толщиной слоя 10 мм при длине волны 520—550 нм. Раствором сравнения служит вода».

Пункт 4.2. Заменить слова: «расхождения результатов параллельных определений» на «расхождения результатов анализа».

(ИУС № 10 1987 г.)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 21877.0—76	Баббиты оловянные и свинцовые. Общие требования к методам анализа	1
ГОСТ 21877.1—76	Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания сурьмы	3
ГОСТ 21877.2—76	Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания олова	6
ГОСТ 21877.3—76	Баббиты оловянные и свинцовые. Методы определения содержания меди и свинца	10
ГОСТ 21877.4—76	Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания свинца	16
ГОСТ 21877.5—76	Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания железа	19
ГОСТ 21877.6—76	Баббиты оловянные и свинцовые. Методы определения содержания висмута	23
ГОСТ 21877.7—76	Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания мышьяка	29
ГОСТ 21877.8—76	Баббиты оловянные и свинцовые. Методы определения содержания цинка	33
ГОСТ 21877.9—76	Баббиты оловянные и свинцовые. Методы определения содержания кадмия	40
ГОСТ 21877.10—76	Баббиты оловянные и свинцовые. Методы определения содержания алюминия	46
ГОСТ 21877.11—76	Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания никеля	52

Редактор *В. В. Чекменева*
Технический редактор *Г. А. Макарова*
Корректор *Е. И. Морозова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 04.06.76 Подп. в печ. 13.06.76 3,5 п. л. Тир. 10000 Цена 19 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1077