УДК 669.65.018.24 : 546.72.06(083.74) Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БАББИТЫ ОЛОВЯННЫЕ И СВИНЦОВЫЕ

Метод определения содержания железа

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

ГОСТ 21877.5—76

Взамен ГОСТ 1380.4—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 железа (при содержании железа от 0,002 до 0,1%).

Метод основан на растворении пробы в смеси бромистоводородной кислоты с бромом с добавлением хлорной кислоты. Олово и сурьму отгоняют в виде бромидов, медь удаляют восстановлением свинцом до металлической. В слабокислой среде измеряют оптическую плотность окрашенного комплекса железа с ортофенантролином при длине волны 510 нм.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 3872—73.

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.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67, разбавленная 1 : 1.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—67.

Кислота хлорная.

gost.e-ecolog.ru

Бром по ГОСТ 4109—64.

Смесь для растворения: 90 мл бромистоводородной кислоты смешивают с 10 мл брома.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—65.

О – фенантролин.

Натрий уксуснокислый (тригидрат) по ГОСТ 199—68.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Реакционная смесь для колориметрирования: смесь растворов А, Б, В в соотношении 1 : 1 : 3.

Раствор А; готовят следующим образом: 10 г солянокислого гидроксиламина растворяют в небольшом количестве воды и доводят водой до 1 л.

Раствор Б; готовят следующим образом: 1,5 г о—фенантролина растворяют в воде и доводят водой до 1 л.

Раствор В; готовят следующим образом: 272 г уксуснокислого натрия растворяют примерно в 500 мл воды, приливают 240 мл уксусной кислоты, фильтруют (при необходимости) и доводят водой до 1 л.

Свинец гранулированный по ГОСТ 3778—74.

Железо металлическое, стандартные растворы.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г железа растворяют в стакане вместимостью 250 мл в 25 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и удаляют окислы азота кипячением. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,5 мг железа.

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,02 мг железа.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску баббита массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 мл и растворяют в 15 мл смеси для растворения при умеренном нагревании. После полного растворения прибавляют 5 мл хлорной кислоты и выпаривают до появления белых паров. Если раствор мутный, прибавляют еще 5 мл смеси для растворения и снова выпаривают до появления паров хлорной кислоты.

Если в пробе содержится большое количество свинца, то может выпасть осадок бромистого свинца. В этом случае к раствору прибавляют несколько капель концентрированной азотной кислоты для разложения осадка бромистого свинца. Раствор выпаривают до объема примерно 2 мл, охлаждают и разбавляют водой до 40 мл.

К раствору прибавляют 5 г гранулированного свинца и кипятят 15 мин. Затем прибавляют еще 1 г свинца и снова кипятят 10 мин. Если поверхность вновь прибавленного свинца чистая, не окрашена выделившейся медью, восстановление можно считать законченным. Раствор над свинцом сливают и свинец промывают декантацией. Если раствор мутный, то его фильтруют через плотный фильтр и промывают 3—4 раза водой.

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют водой до 50 мл, приливают 25 мл реакционной смеси и доводят водой до метки.

Если содержание железа в пробе превышает 0,04%, раствор в мерной колбе доводят до метки водой, перемешивают, отбирают 10 мл раствора в другую мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют до 50 мл, приливают 25 мл реакционной смеси и доводят до метки водой.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 510 нм, пользуясь кюветами с толщиной слоя 3 см. Раствором сравнения служит вода.

3.2. Построение градуировочного графика

В пять мерных колб вместимостью по 100 мл вносят 0,0; 1,0; 2,0; 3,0 и 5,0 мл стандартного раствора Б, разбавляют водой до 50 мл, прибавляют 26 мл реакционной смеси и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям железа строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

V — объем исходного раствора, мл;

V_1 — объем аликвотной части раствора, мл;

m_1 — масса навески пробы, г.

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

Содержание железа, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,005	0,001
Св. 0,005 „ 0,010	0,002
„ 0,010 „ 0,025	0,004
„ 0,025 „ 0,05	0,008
„ 0,05 „ 0,10	0,01

Изменение № 1 ГОСТ 21877.5—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания железа

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.02.83 № 804 срок введения установлен

с 01.07.83

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

Раздел 2. Заменить ссылки: ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 2062—67 на ГОСТ 2062—77, ГОСТ 4109—64 на ГОСТ 4109—79, ГОСТ 5456—65 на ГОСТ 5456—79, ГОСТ 199—68 на ГОСТ 199—78, ГОСТ 3778—74 на ГОСТ 3778—77.

Пункт 3.1. Второй абзац дополнить словами: «уровень раствора в стакане отмечают карандашом по стеклу»;

третий абзац после слов «и кипятят 15 мин» дополнить словами: «доливая воду до метки по мере упаривания раствора».

(ИУС № 6 1983 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 21877.5—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания железа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.06.87 № 2463

Дата введения 01.03.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

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

Вводная часть. Последний абзац исключить.

Пункт 3.1 дополнить абзацем (перед первым): «Определение железа без отделения меди и свинца».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1*а*: «3.1а. Определение железа после отделения меди и свинца электролизом. Разложение баббита и выделение меди и свинца электролизом проводят по ГОСТ 21877.3—76. Раствор после электролиза помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³ и доводят до метки водой, перемешивают. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 50 см³ раствора, приливают 10 см³ сульфосалициловой кислоты концентрации 100 г/дм³, добавляют по каплям водный раствор аммиака до появления желтой окраски и затем 5 см³ избытка. Раствор доводят до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность в кювете при длине волны 520—550 нм с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм. Раствором сравнения служит вода».

gost.e-ecolog.ru

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

(ИУС № 10 1987 г.)