УДК 669.65'891.018.24:546.811.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БАББИТЫ КАЛЬЦИЕВЫЕ

Метод определения содержания олова

Lead-calcium bearing alloys.
Method for determination of tin content

ГОСТ 1219.5—74

Взамен ГОСТ 1219—60 в части разд. VI

МКС 77.160.20

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 17 января 1974 г. № 150 дата введения установлена

01.01.75

Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

Настоящий стандарт распространяется на кальциевые баббиты и устанавливает объемный йодометрический метод определения содержания олова (при содержании олова от 1,15 до 2,50 %).

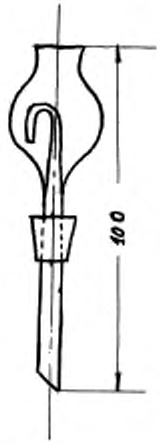
Метод основан на восстановлении четырехвалентного олова металлическим свинцом до двухвалентного состояния и титровании восстановленного олова раствором йода в присутствии йодида калия и крахмала.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 1219.0—74.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Воронка с гидравлическим затвором (см. чертеж).



Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1 %-ный свежеприготовленный раствор.

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201—79, насыщенный раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Йод кристаллический по ГОСТ 4159—79, 0,025 н. раствор; готовят следующим образом: 3,2 г йода растворяют в 50 см³ 40 %-ного раствора йодистого калия и разбавляют водой до 1 дм³ или готовят из фиксанала.

Калия гидроокись.

Калий йодноватокислый по ГОСТ 4202—75, 0,025 н. раствор; готовят следующим образом: 0,9 г йодноватокислого калия, 10 г йодистого калия и 20 г гидроокиси калия растворяют в воде и доводят до 1 дм³.

Олово по ГОСТ 860—75 марки О1.

Свинец по ГОСТ 3778—98 марки С00, пластины общей площадью 60—70 см², свернутые в спирали.

Установка титра раствора йода и йодноватокислого калия

0,025 н. раствор йода, приготовленного, как указано в разд. 2, выдерживают в темной склянке 10—15 дней, после чего устанавливают его титр по раствору олова. Раствор олова готовят следующим образом: 0,5 г олова помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 20—25 см³ серной кислоты при нагревании.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (сентябрь 2003 г.) с Изменением № 1, утвержденным в ноябре 1979 г. (ИУС 1—80).

gost.e-ecolog.ru

После растворения и охлаждения раствора приливают 100—120 см³ холодной воды и 50 см³ соляной кислоты. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и после охлаждения доводят водой до метки.

Для установки титра отбирают точно 25 см³ раствора олова и помещают его в коническую колбу вместимостью 250 см³, туда же добавляют 30 см³ соляной кислоты и доводят объем раствора до 140—150 см³.

В подготовленную таким образом колбу опускают металлический свинец в виде спиралей общей площадью 60—70 см², накрывают колбу небольшой воронкой, нагревают до кипения и кипятят 20 мин. За 1—2 мин до конца восстановления накрывают колбу резиновой пробкой со вставленной в нее воронкой с гидравлическим затвором. В воронку заранее наливают насыщенный раствор двууглекислого натрия. При охлаждении над раствором в колбе происходит сжатие газа, вследствие чего насыщенный раствор бикарбоната натрия засасывается из насадки в колбу. В результате взаимодействия бикарбоната натрия с соляной кислотой выделяется углекислый газ, избыточное количество которого может выйти через сифон.

По окончании восстановления колбу с раствором охлаждают в проточной воде до комнатной температуры, доливая по мере надобности в воронку раствор двууглекислого натрия. После охлаждения раствора воронку удаляют, в колбу добавляют кусочек мрамора около 5 г и добавляют 0,2—0,3 г йодистого калия, 3—5 см³ раствора крахмала и титруют раствором йода или йодноватокислого калия. Титрование производят в присутствии свинца, оставшегося нерастворенным.

Титр раствора йода (T), выраженный в г/см³ олова, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot v_2}{v \cdot v_1},$$

где m — навеска олова, г;

v — количество раствора йода или йодноватокислого калия, израсходованное на титрование олова, см³;

v_1 — объем колбы со стандартным раствором олова, см³;

v_2 — количество раствора олова, взятое для титрования, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску баббита 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. После полного разложения сплава и охлаждения раствора добавляют 30 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают раствор до появления густых белых паров серного ангидрида. К охлажденной пробе осторожно приливают 10—15 см³ холодной воды и снова выпаривают до появления густых белых паров. Разбавление и выпаривание повторяют еще один раз. Затем после охлаждения пробы осторожно приливают 110—120 см³ воды и 25—30 см³ соляной кислоты. В подготовленную таким образом пробу опускают пластину свинца общей площадью 60—70 см², накрывают воронкой и кипятят 1 ч. Затем закрывают затвором Геккеля и кипятят 30 мин, восстанавливают четырехвалентное олово и заканчивают анализ, как указано в разд. 2 при установке титра. Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт на определение содержания олова в реактивах.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Массовую долю олова (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T(v - v_1)\,100}{m},$$

где T — титр раствора йода или йодноватокислого калия, выраженный в г/см³ олова;

v — количество раствора йода или йодноватокислого калия, израсходованное на титрование пробы, см³;

v_1 — количество раствора йода или йодноватокислого калия, израсходованное на титрование раствора контрольного опыта, см³;

m — навеска баббита, г.

4.2. Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать 0,05 абс. %.

gost.e-ecolog.ru