УДК 669.65.018.24 : 546.47.06(083.74) Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БАББИТЫ ОЛОВЯННЫЕ И СВИНЦОВЫЕ

Методы определения содержания цинка

Tin and lead babbits. Methods for the determination of zinc content

ГОСТ 21877.8—76

Взамен ГОСТ 1380.10—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 и спектральный методы определения содержания цинка (при содержании цинка от 0,001 до 0,15%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЦИНКА

2.1. Сущность метода

Пробу разлагают в смеси соляной кислоты и брома. Олово и сурьму отгоняют в виде хлоридов, цинк извлекают изоамиловым спиртом из солянокислого раствора и после перевода в водную фазу определяют фотоколориметрированием окрашенного комплекса с дитизоном в четыреххлористом углероде при длине волны 540 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со всеми принадлежностями.

Делительные воронки вместимостью 100, 150 и 700 мл.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 и разбавленная 1 : 10.

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204—66, разбавленная 1 : 1.

Бром по ГОСТ 4109—64.

Аммиак по ГОСТ 3760—64.

Аммоний роданистый по ГОСТ 3768—64, 40%-ный раствор. Раствор очищают от примесей экстракцией изоамиловым спиртом: 500 мл раствора встряхивают с 25 мл изоамилового спирта в течение 2 мин.

Промывная жидкость; готовят следующим образом: к 300 мл воды приливают 100 мл 40%-ного очищенного раствора роданистого аммония и 2,5 мл раствора серной кислоты, разбавленной 1 : 1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 20%-ный раствор. Раствор очищают дитизоном, для чего 100 мл раствора встряхивают с 0,005%-ным раствором дитизона порциями по 2—3 мл до тех пор, пока не перестанет изменяться цвет дитизона. Затем остаток дитизона извлекают из раствора четыреххлористым углеродом до тех пор, пока новая порция его не останется бесцветной.

Аммиачный раствор хлористого аммония: к 200 мл воды приливают 20 мл 20%-ного очищенного раствора хлористого аммония и 25 мл раствора аммиака.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830—70.

Ализариновый красный С (ализаринсульфонат натрия), 0,1%-ный раствор, индикатор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, 4 н. раствор; готовят следующим образом: 240 мл кислоты вливают в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят до метки водой и перемешивают.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—68, 1 н. раствор; готовят следующим образом: 60,05 г уксуснокислого натрия растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят до метки водой и перемешивают.

Ацетатный буферный раствор: готовят смешиванием равных частей 4 н. раствора уксусной кислоты и 1 н. раствора уксуснокислого натрия (pH 4).

Натрий серноватистокислый (*тиосульфат натрия*) по ГОСТ 4215—66, 50%-ный раствор, очищенный дитизоном так же, как и хлористый аммоний.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по ГОСТ 10165—62, 0,05%-ный раствор: готовят растворением 50 мг реактива в 50 мл четыреххлористого углерода. Раствор переносят в делительную воронку и дважды встряхивают со 100 мл 2%-ного раствора аммиака, после чего органический слой отбрасывают. Водный слой слегка подкисляют концентрированной соляной кислотой, добавляют 50 мл четыреххлористого углерода и встряхивают. После отделения четыреххлористого углерода экстракцию повторяют с новой порцией четыреххлористого углерода. Оба экстракта объединяют и промы-

вают водой. Раствор дитизона хранят в темной склянке с притертой пробкой.

Дитизон, 0,005%-ный раствор; готовят разбавлением четыреххлористым углеродом 0,05%-ного раствора в 10 раз.

Цинк по ГОСТ 3640—75, марки ЦВ или Ц1.

Стандартные растворы цинка

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г металлического цинка растворяют в 10 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 1,0 мг цинка.

Раствор Б; готовят разбавлением водой раствора А в 100 раз в день применения.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг цинка.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску баббита массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 мл, приливают 7 мл концентрированной соляной кислоты, 1—1,5 мл брома, накрывают часовым стеклом и выдерживают без нагревания до растворения навески. Затем стекло снимают, обмывают 2—3 мл соляной кислоты и при умеренном нагревании выпаривают раствор досуха. Сухой остаток обрабатывают еще раз 5 мл концентрированной соляной кислоты и снова выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 10, и нагревают до кипения. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 мл, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1 : 10, и перемешивают. После отстаивания от прозрачного раствора отбирают пипеткой аликвотную часть раствора и переносят в делительную воронку вместимостью 150 мл.

Величина аликвотной части в зависимости от содержания цинка в пробе указана в табл. 1.

Таблица 1

Содержание цинка, %	Объем аликвотной части раствора, мл
От 0,001 до 0,03	10,0
Св. 0,03 „ 0,06	5,0
„ 0,06 „ 0,15	2,0

Далее в делительную воронку приливают 20 мл 40%-ного раствора роданистого аммония, 1 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и 10 мл азоамилового спирта. Воронку закрывают пробкой и энергично встряхивают в течение 2 мин. После расслоения жид-

костей водный слой отбрасывают. К спиртовому раствору в воронке приливают 20 мл промывной жидкости и встряхивают воронку в течение 1 мин. Водный слой снова отбрасывают. Операцию промывки повторяют еще три раза. Далее к органической фазе приливают 15 мл аммиачного раствора хлорида аммония, встряхивают в течение 15 с и после расслаивания жидкости сливают аммиакат цинка в другую делительную воронку вместимостью 100 мл. Реэкстракцию с 15 мл аммиачного раствора хлористого аммония повторяют еще раз.

Аммиачные растворы объединяют, прибавляют в воронку две капли индикатора ализаринового красного, ацетатный буферный раствор до pH 5—6 (раствор окрашивается в желто-розовый цвет) и 1 мл раствора тиосульфата натрия.

Раствор экстрагируют 0,005%-ным раствором дитизона в четыреххлористом углероде порциями по 2—3 мл. По мере извлечения цинка из водного раствора цвет экстракта меняется от красного через фиолетовый до зеленого. Экстракцию заканчивают, когда новая порция дитизона не изменит свой цвет. Экстракты сливают в мерную колбу вместимостью 50 мл с притертой пробкой, доливают до метки четыреххлористым углеродом, перемешивают и фильтруют раствор через сухой беззольный фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре при длине волны 540 нм в кювете с толщиной слоя 1 см. В качестве раствора сравнения применяют четыреххлористый углерод.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В делительные воронки вместимостью по 100 мл помещают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 мл стандартного раствора Б, приливают в воронки по 30 мл аммиачного раствора хлористого аммония, по две капли индикатора, устанавливают ацетатным буферным раствором pH 5—6 и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

Измеряют оптическую плотность растворов и после вычитания из показаний оптической плотности стандартных растворов показания оптической плотности раствора контрольного опыта строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Содержание цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 50 \cdot 100}{m_1 \cdot V},$$

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

50 — объем исходного раствора, мл;

V — объем аликвотной части раствора, мл;

m_1 — масса навески пробы, г.

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

Таблица 2

Содержание цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,002	0,0006
Св. 0,002 „ 0,005	0,001
„ 0,005 „ 0,01	0,002
„ 0,01 „ 0,03	0,005
„ 0,03 „ 0,05	0,008
„ 0,05 „ 0,10	0,01
„ 0,10 „ 0,15	0,02

3. СПЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЦИНКА

3.1. Сущность метода

Метод основан на переводе анализируемой пробы металла в окись. Окисленный образец смешивают с угольным порошком и помещают в кратер нижнего угольного электрода. Для возбуждения спектра используется дуга постоянного тока. Спектр дуги фотографируют с помощью спектрографа. Измеряют почернения аналитических линий и «внутреннего стандарта». Концентрации определяемых элементов находят по градуировочному графику.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрограф для регистрации ультрафиолетовой области спектра с трехлинзовой системой освещения.

Источник постоянного тока для питания дуги.

Электропечь муфельная с терморегулятором.

Сушильный шкаф.

Кварцевые выпаривательные чашки.

Колбы конические или стаканы из кварца.

Весы торсионные или аналитические.

Микрофотометр.

Ступка агатовая или из органического стекла.

Фотопластинки спектральные типа I по ГОСТ 10691—63.

Спектрально-чистые угли.

Баня электрическая или электроплитка.

Проявитель и фиксаж по ГОСТ 2817—50.

Меди окись, ч. д. а.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962—67.

Свинца окись по ГОСТ 9199—68, ч. д. а.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67, х. ч., перегнанная.

Сурьмы трехокись, ч. д. а.

Цинка окись по ГОСТ 10202—71, ч. д. а.

Олова окись по ГОСТ 5 1510—72, ч. д а.

3.3. Приготовление градуировочных образцов

Градуировочные образцы готовят идентичными по содержанию основных компонентов анализируемым пробам. Основой для приготовления градуировочных образцов служит смесь соответствующих количеств окиси: олова, сурьмы, меди (для баббитов марок Б88, Б83 и Б83С), олова, сурьмы и свинца (для баббитов марок Б16, БН и БС6).

В головной образец, содержащий 1% цинка в расчете на металл, вводят окись цинка. Образец перемешивают со спиртом, затем сушат, прокаливают и еще раз тщательно перемешивают.

Рабочие образцы готовят последовательным разбавлением каждого предыдущего образца основой. Готовят серию образцов с содержанием цинка в них от 0,003 до 0,2%.

3.4. Проведение анализа

От средней пробы отбирают навеску массой 3—5 г, которую помещают в коническую колбу или стакан, наливают 50—70 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. Пробу растворяют при умеренном нагревании. Раствор выпаривают досуха, а затем прокаливают получившиеся азотнокислые соли в муфельной печи.

Полученный при растворении и прокаливании осадок окисей металлов тщательно перемешивают и набивают в кратеры угольных электродов, имеющих размер 3×3 мм, закапывают в электроды спирт и сушат в сушильном шкафу. При спектрографировании электроды помещают так, чтобы нижним электродом-анодом служил электрод с пробой, верхним электродом — угольный, заточенный на усеченный конус с диаметром площадки 1,5—2 мм. Спектры возбуждают в дуге постоянного тока. Сила тока 7А. Время экспозиции 30 с. Ширина щели спектрографа 0,01 мм, промежуточная диафрагма полная. Время проявления пластинки 3 мин при температуре проявителя 18—20°С. Аналитический промежуток 2 мм.

Регистрацию спектров производят на пластинке типа I.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. На полученных спектрограммах фотометрируют почернения линий цинка и линий «внутреннего стандарта».

Используемые аналитические линии и линии «внутреннего стандарта» приведены в табл. 3.

Таблица 3

Определяемый элемент	Аналитические линии, Å	Линия „внутреннего стандарта", Å
Цинк	3302,94 3345,02	Свинец 3220,5 или фон

По результатам фотометрирования спектров градуировочных образцов строят градуировочный график в координатах $\Delta S—\lg C$.

По результатам фотометрирования спектров проб по графикам находят содержание цинка. Результат умножают на переводной коэффициент 1,2.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Содержание цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
До 0,005	0,002
От 0,005 до 0,01	0,004
Св. 0,01 „ 0,02	0,006
„ 0,02 „ 0,04	0,01
„ 0,04 „ 0,10	0,02
„ 0,10 „ 0,15	0,04

Определение содержания цинка проводят в трех навесках при четырех параллельных определениях для каждой навески.

Изменение № 1 ГОСТ 21877.8—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Методы определения содержания цинка

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

с 01.07.83

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Вводную часть дополнить словами: «и атомно-абсорбционный».

Пункт 2.2. Заменить ссылки: ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 4204—66 на ГОСТ 4204—77, ГОСТ 4109—64 на ГОСТ 4109—79, ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79, ГОСТ 5830—70 на ГОСТ 5830—79, ГОСТ 199—68 на ГОСТ 199—78, ГОСТ 10165—62 на ГОСТ 10165—79, ГОСТ 3640—75 на ГОСТ 3640—79, ГОСТ 4215—66 на ГОСТ 244—76; исключить слова: «по ГОСТ 3768—64».

Пункт 3.2. Заменить ссылки: ГОСТ 10691—63 на ГОСТ 10691.0-73—ГОСТ 10691.4-73, ГОСТ 9199—68 на ГОСТ 9199—77, ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 10202—71 на ГОСТ 10262—73, ГОСТ 5.1510—72 на ГОСТ 22516—77.

Стандарт дополнить разделом — 4:

«4. Атомно-абсорбционный метод определения содержания цинка

4.1. Сущность метода

Метод основан на избирательном поглощении света от стандартного источника атомами цинка. Раствор распыляют в ацетилено-воздушное пламя атомно-абсорбционного спектрометра и измеряют абсорбцию при длине волны 213,8 нм.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Стаканы из фторопласта вместимостью 50 и 300 $см^3$.

Кислота азотная, ос. ч. по ГОСТ 11125—78.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, дважды перегнанная.

Смесь для растворения; готовят по ГОСТ 21877.3—76.

Смесь хромовая, 10%-ный раствор двухромовокислого калия в концентрированной серной кислоте;

Цинк по ГОСТ 3640—79.

Стандартные растворы цинка.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1000 г цинка растворяют в 0 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят водой до метки и перемешивают. 1 $см^3$ раствора содержит 0,1 мг цинка.

Раствор Б; готовят перед применением: 10 $см^3$ раствора А помещают в колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают 1 $см^3$ раствора Б содержит 0,01 мг цинка.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Посуду, необходимую для проведения анализа, моют последовательно хромовой смесью, соляной кислотой, водой и затем не менее двух раз обливают дистиллированной водой.

4.3.2. В зависимости от содержания цинка навеску баббита массой, указанной в табл. 5, помещают в стакан из фторопласта вместимостью 50 $см^3$ и приливают небольшими порциями 10 $см^3$ смеси для растворения. Далее анализ проводят по ГОСТ 21877.3—76.

Таблица 5

Содержание цинка, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, см³
От 0,001 до 0,01 включ.	1	50
Св. 0,01 » 0,04 »	0,5	100
» 0,04 » 0,1 »	0,2	100
» 0,1 » 0,15 »	0,1	100

Фотометрирование проводят при длине волны 213,8 нм в условиях, указанных в ГОСТ 21877.3—76.

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

4.3.3. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ отмеривают микробюреткой 0; 1,0; 2,0; 4,0; 10,0; 15,0; 20,0 см³ стандартного раствора Б цинка, приливают по 10 см³ смеси для растворения, доводят водой до метки и перемешивают.

Фотометрируют как анализируемые растворы. По полученным средним значениям абсорбции и известным концентрациям цинка строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Содержание цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где C — концентрация фотометрируемого раствора, мкг/мл;

V — объем фотометрируемого раствора, мл;

m — масса навески баббита, г;

10^6 — коэффициент пересчета микрограммов в граммы.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 6.

Таблица 6

Содержание цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,002 включ.	0,0006
Св. 0,002 » 0,005 »	0,001
» 0,005 » 0,01 »	0,002
» 0,01 » 0,03 »	0,005
» 0,03 » 0,05 »	0,008
» 0,05 » 0,10 »	0,01
» 0,10 » 0,15 »	0,02

(ИУС № 6 1983 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 21877.8—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Методы определения содержания цинка

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».

Пункт 2.2. Заменить слова: «40 %-ный раствор» на «раствор 400 г/дм³», «20 %-ный раствор» на «раствор 200 г/дм³», «0,005 %-ный раствор дитизона» на «раствор дитизона 0,05 г/дм³», «0,1 %-ный раствор» на «раствор 1 г/дм³», «4 н. раствор» на «раствор концентрации 4 моль/дм³», «1 н. раствор» на «раствор концентрации 1 моль/дм³», «50 %-ный раствор» на «раствор 500 г/дм³», «0,05 %-ный раствор» на «раствор 0,5 г/дм³», «2 %-ного раствора аммиака» на «раствора аммиака концентрации 20 г/дм³», «четыреххлористым углеродом 0,05 %-ного раствора» на «раствором четыреххлористого углерода концентрации 0,5 г/дм³».

Пункты 2.4.2, 4.4.2. Заменить слова: «расхождения результатов параллельных определений» на «расхождения результатов анализа».

Пункт 3.2. Первый абзац после слов «системой освещения» дополнить словами: «или спектрограф любого типа, работающий в ультрафиолетовой области, с фотографической или фотоэлектрической регистрацией спектра»;

шестой абзац. Исключить слова: «Колбы конические или»;

десятый абзац изложить в новой редакции: «Фотопластинки спектрографические типа 1 или ЭС»;

заменить ссылку: «по ГОСТ 2817—50» на «по ГОСТ 10691.0-73 — ГОСТ 10691.4-73. Допускается применение проявителя и фиксажа другого состава».

Пункт 3.4 изложить в новой редакции: «3.4. От средней пробы отбирают навеску массой 3—5 г, которую помещают в кварцевый стакан или чашку, наливают 50—70 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Пробы растворяют при умеренном нагревании. Раствор выпаривают досуха, а затем прокаливают в муфельной печи при температуре 500—550 °С в течение 20 мин.

Полученный при растворении и прокаливании осадок окисей металлов тщательно перемешивают, набивают в кратеры угольных электродов, имеющих размер 3×3 мм, с боковыми отверстиями 1 мм. Перед спектрографированием угольные электроды необходимо обжечь в дуге переменного тока силой 10—12 А в течение 15 с. При спектрографировании электроды помещают так, чтобы нижний электрод с пробой был анодом, а верхний электрод, заточенный на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5—2,0 мм, — катодом.

Время экспозиции, промежуточную диафрагму, ширину щели выбирают оптимальными для получения интенсивности спектров в области нормальных почернений. Спектры возбуждают в дуге переменного тока силой 10 А. Время проявления пластинки 3 мин при температуре проявителя 18—20 °С.

Регистрацию спектров производят на пластинке типа 1 или ЭС.

Определение содержания цинка ведут из одной навески по трем параллельным определениям».

gost.e-ecolog.ru

Второй абзац исключить.

Пункт 4.2. Заменить слова: «10 %-ный раствор двухромовокислого калия» на «раствор двухромовокислого калия концентрации 100 г/дм³».

(ИУС № 10 1987 г.)