УДК 669.65.018.24 : 546.811.06(083.74) Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БАББИТЫ ОЛОВЯННЫЕ И СВИНЦОВЫЕ

Метод определения содержания олова

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

ГОСТ 21877.2—76

Взамен ГОСТ 1380.2—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 объемный метод определения содержания олова (при содержании олова от 5 до 20%).

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте. После прибавления соляной кислоты медь и сурьму восстанавливают металлическим железом и отфильтровывают. Олово в фильтрате восстанавливают алюминием или свинцом, а затем определяют его йодометрическим титрованием.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 3868—73.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Затвор Геккеля (см. чертеж).

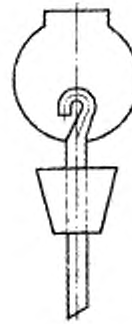
Содовый затвор Геккеля служит для предохранения двухвалентного олова от окисления кислородом воздуха. Затвор вставляют в горло колбы при помощи резиновой пробки и заполняют насыщенным раствором бикарбоната натрия.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67.

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201—66, насыщенный раствор.

gost.e-ecolog.ru



Свинец марки СО по ГОСТ 3778—74, гранулированный или в виде пластинок, свернутых в спирали.

Алюминий металлический по ГОСТ 12595—72 в виде пластинок или стружки марок А99, А97 или А95.

Железо металлическое в виде мягкой спирали или мелких гвоздей. Гвозди прокаливают для удаления масла, промывают соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, и проверяют на присутствие олова, цинка и кадмия.

Олово марки О1 или ОВЧ по ГОСТ 5.1027—71.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Йод по ГОСТ 4159—64, 0,05 н. раствор; готовят следующим образом: 40 г йодистого калия растворяют в 35—40 мл воды в конической колбе вместимостью 150—200 мл с притертой пробкой. В раствор всыпают 6,5 г металлического йода и перемешивают до полного растворения. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 л, разбавляют водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в темной склянке. Титр раствора устанавливают по металлическому олову через 10—15 дней.

Крахмал водорастворимый по ГОСТ 10163—76, свежеприготовленный 1%-ный раствор: 1 г растворимого крахмала тщательно растирают в ступке с 10 мл теплой воды, вливают в 90 мл кипящей воды, кипятят 3—5 мин и охлаждают.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В коническую колбу вместимостью 250 мл помещают навеску баббита массой 0,5 г, приливают 20 мл концентрированной серной кислоты и нагревают до отгонки серы со стенок колбы, пол-

ного растворения пробы и побеления осадка при температуре выделения паров серного ангидрида. Затем колбу охлаждают, осторожно приливают 100 мл воды, 20 мл соляной кислоты, добавляют 20—30 г мелких железных гвоздей и ведут восстановление при нагревании на водяной бане около 1 ч до выделения меди и сурьмы в виде металлической губки. Раствор фильтруют через ватный тампон и промывают 20—30 мл горячей соляной кислоты, разбавленной 1 : 9.

3.2. К прозрачному раствору приливают 20 мл концентрированной соляной кислоты и 2,0—2,5 г металлического алюминия небольшими порциями. Через 30 мин приливают еще 20 мл соляной кислоты, нагревают до кипения и кипятят до полного растворения избытка алюминия и губки выделившегося олова. Колбу снимают с плиты, быстро закрывают затвором Геккеля, наполняют его насыщенным раствором бикарбоната натрия и охлаждают в проточной воде, следя за тем, чтобы затвор все время был заполнен раствором бикарбоната натрия.

С охлажденной колбы быстро снимают затвор, приливают 3—5 мл раствора крахмала и титруют олово 0,05 н. раствором йода до слабо-синего окрашивания.

3.3. При восстановлении свинцом к раствору после отделения меди и сурьмы прибавляют 20 мл концентрированной соляной кислоты, 50 г свинца в виде гранул или спиралей и ведут восстановление в течение 30 мин при слабом кипячении, закрыв колбу часовым стеклом. За 5 мин до конца восстановления колбу закрывают затвором Геккеля, наполненным бикарбонатом натрия. По окончании восстановления раствор охлаждают в проточной воде и далее анализ ведут, как указано в п. 3.2.

3.4. Установка титра раствора йода

Титр раствора йода устанавливают по металлическому олову. Для этого 0,1 г олова помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, растворяют в 20 мл концентрированной серной кислоты, охлаждают, приливают 100 мл воды, 20—25 мл соляной кислоты и, в зависимости от выбора восстановителя, продолжают анализ, как указано в п. 3.2 или 3.3.

Титр 0,05 н. раствора йода, выраженный в г/мл олова, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V_0},$$

где m — масса навески металлического олова, г;

V_0 — объем 0,05 н. раствора йода, израсходованный на титрование олова, мл.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где V — объем 0,05 н. раствора йода, израсходованный на титрование, мл;

T — титр 0,05 н. раствора йода, выраженный в граммах олова на миллилитр;

m — масса навески пробы, г.

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

Содержание олова, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 5 до 6	0,15
Св. 6 до 8	0,17
» 8 » 11	0,20
» 11 » 14	0,23
» 14 » 18	0,25
» 18 » 20	0,28

Изменение № 1 ГОСТ 21877.2—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания олова

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 4204—66 на ГОСТ 4204—77, ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 4201—66 на ГОСТ 4201—79, ГОСТ 3778—74 на ГОСТ 3778—77, ГОСТ 12595—72 на ГОСТ 11069—74 и ГОСТ 11070—74, ГОСТ 5.1027—71 на ГОСТ 860—75, ГОСТ 4159—64 на ГОСТ 4159—79;

шестой абзац дополнить словами: «Свинец используют для анализа многократно, для чего его перед употреблением кипятят 5—10 мин в соляной кислоте, разбавленной 1:1, затем промывают водой;

восьмой абзац дополнить словами: «Гвозди используют для анализа несколько раз, для чего перед употреблением их кипятят 1—2 мин в соляной кислоте, разбавленной 1:1, затем промывают водой».

(ИУС № 6 1983 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 21877.2—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания олова

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. Заменить слова: «оловянные и свинцовые баббиты» на «баббиты оловянные и свинцовые марок Б16, БН, БС6»;

последний абзац исключить.

Пункт 2. Заменить слова: «0,05 н. раствор йода» на «раствор йода концентрации 0,05 моль/$дм^3$», «1 %-ный раствор» на «раствор 10 г/$дм^3$», «титр раствора» на «массовую концентрацию раствора».

Пункт 3.2. Заменить слова: «0,05 н. раствором йода» на «раствор йода концентрации 0,05 моль/$дм^3$».

Пункт 3.4. Заменить слова: «Титр раствора» на «Массовая концентрация раствора», «Титр 0,05 н. раствора йода, выраженный в г/мл олова» на «Массовую концентрацию раствора 0,05 моль/$дм^3$ йода по олову, выраженную в г/$см^3$».

Пункт 4.1. Заменить слова: «0,05 н. раствора йода» на «раствор йода концентрации 0,05 моль/$дм^3$», «*Т* — титр 0,05 н. раствора йода, выраженный в граммах олова на миллилитр» на «*Т*-массовая концентрация раствора ода по олову, г/$см^3$».

gost.e-ecolog.ru

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

(ИУС № 10 1987 г.)