УДК 669.65.018.24 : 546.19.06(083.74) Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БАББИТЫ ОЛОВЯННЫЕ И СВИНЦОВЫЕ

Метод определения содержания мышьяка

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

ГОСТ 21877.7—76

Взамен ГОСТ 1380.9—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 мышьяка (при содержании мышьяка от 0,01 до 1%).

Метод основан на растворении пробы баббита в серной кислоте, восстановлении мышьяка до элементарного гипофосфитом натрия в солянокислом растворе, окислении отфильтрованного мышьяка бихроматом калия и обратном титровании прилитого избытка соли Мора бихроматом калия в присутствии фенилантраниловой кислоты и качестве индикатора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота серная по ГОСТ 4204—66 и разбавленная 1 : 9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 3.

Натрий фосфорноватистокислый (гипофосфит натрия) по ГОСТ 200—66; раствор, приготовленный растворением 300 г соли в 1 л соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Раствор готовят в день применения.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 5%-ный раствор.

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201—66.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—58.

gost.e-ecolog.ru

Смесь кислот: 150 мл концентрированной серной кислоты приливают к 500 мл воды, охлаждают, приливают 150 мл ортофосфорной кислоты и доливают водой до 1 л.

Железо карбонильное.

Соль Мора (двойная сернокислая соль закиси железа и аммония) по ГОСТ 4208—72, 0,02 н. раствор; готовят растворением 38,5 г соли Мора в 5 л воды, содержащей 250 мл концентрированной серной кислоты.

Дифениламин по ГОСТ 5825—70, раствор; готовят следующим образом: 1 г дифениламина смачивают 3—5 мл воды и растворяют в 100 мл концентрированной серной кислоты при перемешивании.

Фенилантраниловая кислота, раствор; готовят следующим образом: 0,1 г двууглекислого натрия растворяют в 20—40 мл дистиллированной воды, добавляют 0,1 г фенилантраниловой кислоты, нагревают, не доводя до кипения, охлаждают и разбавляют водой до 100 мл.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 422—75, 0,02 н. раствор; готовят растворением 4,908 г бихромата калия в 5 л воды.

Промывная жидкость: к 100 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 3, добавляют 1 г гипофосфита натрия.

Установка титра раствора бихромата калия.

В 3—4 колбы вместимостью по 250 мл с клапанами Бунзена помещают по 0,050 г чистого металлического железа, по 0,5 г бикарбоната натрия и растворяют в 40—50 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 9. После растворения железа раствор слегка кипятят и охлаждают, не снимая пробки. Затем раствор быстро разбавляют водой до 200 мл, приливают 25 мл смеси кислот, две капли раствора дифениламина и титруют раствором бихромата калия до устойчивого сине-фиолетового окрашивания раствора.

Нормальность бихромата калия (н.) рассчитывают по формуле

$$\text{н.} = \frac{m \cdot 1000}{V_0 \cdot Э},$$

где m — масса навески металлического железа, равная 0,05 г;

V_0 — объем раствора бихромата калия, израсходованный на титрование, мл;

$Э$ — грамм-эквивалент железа, равный 55,85.

Титр раствора бихромата калия (T), выраженный в граммах мышьяка, вычисляют по формуле

$$T = \text{н} \cdot 0{,}015,$$

где н. — нормальность раствора бихромата калия;

0,015 — количество мышьяка, соответствующее 1 мл 1 н. раствора бихромата калия.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску баббита массой 0,5 г (при содержании мышьяка от 0,5 до 1%), 1,0 г (при содержании мышьяка от 0,1 до 0,5%) и 3,0 г (при содержании мышьяка до 0,1%) помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 20 мл концентрированной серной кислоты, закрывают колбу небольшой воронкой или часовым стеклом и нагревают до полного растворения сплава и побеления осадка. Затем раствор охлаждают, приливают 50 мл воды и тщательно перемешивают. При анализе баббита марки БС6 осадок сернокислого свинца отстаивают 10—15 мин и фильтруют через фильтр средней плотности в колбу вместимостью 250 мл. Осадок на фильтре 4—5 раз промывают холодной водой так, чтобы объем фильтрата и промывных вод не превышал 70—80 мл.

К фильтрату приливают равный фильтрату объем концентрированной соляной кислоты, 20 мл раствора гипофосфита натрия, закрывают колбу обратным холодильником и нагревают до кипения. Слабое кипение раствора поддерживают в течение 30 мин, после чего оставляют раствор на теплой плите до коагуляции осадка. Раствор с осадком охлаждают в проточной воде и отфильтровывают осадок через тампон из фильтробумажной массы, промывая колбы и осадок 5—6 раз промывной жидкостью, а затем 8—10 раз 5%-ным раствором хлористого аммония.

Осадок мышьяка вместе с фильтробумажной массой количественно переносят в колбу, где велось осаждение, приливают 50 мл серной кислоты, разбавленной 1:9, и растворяют при энергичном взбалтывании в избытке бихромата калия, приливая его из бюретки по 10, 15 или 30 мл (в зависимости от содержания мышьяка). После растворения мышьяка из бюретки приливают раствор соли Мора до исчезновения желтой окраски бихромата калия и некоторый избыток (достаточно прилить 20—30 мл). Далее прибавляют 3—4 капли раствора фенилантраниловой кислоты и титруют избыток соли Мора 0,02 н. раствором бихромата калия до появления розового окрашивания раствора.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — общий объем раствора бихромата калия, израсходованный на растворение мышьяка и титрование избытка соли Мора, мл;

V_1 — объем раствора бихромата калия, израсходованный на титрование такого же количества соли Мора, какое было прибавлено к анализируемому раствору, мл.

Примечание. Количество бихромата калия, израсходованное на титрование раствора соли Мора, устанавливают следующим образом: из бюретки приливают в колбу вместимостью 250 мл такое же количество соли Мора, какое было прибавлено к анализируемому раствору (20 или 30 мл), приливают 50 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 9, 3—4 капли раствора фенилантраниловой кислоты и титруют раствором бихромата калия до появления розового окрашивания раствора;

T — титр раствора бихромата калия, выраженный в граммах мышьяка;

m — масса навески пробы, г.

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

Содержание мышьяка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,02	0,003
Св. 0,02 „ 0,04	0,005
„ 0,04 „ 0,06	0,008
„ 0,06 „ 0,1	0,01
„ 0,1 „ 0,2	0,02
„ 0,2 „ 0,3	0,03
„ 0,3 „ 0,6	0,05
„ 0,6 „ 0,8	0,08
„ 0,8 „ 1,0	0,09

зменение № 1 ГОСТ 21877.7—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Метод оп-ределения содержания мышьяка

остановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.02.83 : 805 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 18—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 200—66 на ГОСТ 200—76, ГОСТ 4201—66 : ГОСТ 4201—79, ГОСТ 6552—58 на ГОСТ 6552—80, ГОСТ 422—75 на ОСТ 4220—75.

(ИУС № 6 1983 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 21877.7—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания мышьяка

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 слова: «содержания», «content».

Пункт 2. Заменить слова: «5 %-ный раствор» на «раствор 50 г/дм³», «0,02 н. раствор» на «раствор концентрации 0,02 моль/дм³»; «0,02 н. раствор» на «раствор молярной концентрации 0,003 моль/дм³»;

последний, предпоследний абзацы изложить в новой редакции: «Молярную концентрацию бихромата калия (моль/дм³) вычисляют по формуле

$$A = \frac{m \cdot 1000}{V_0 \cdot B},$$

где m — масса навески металлического железа, равная 0,05 г;

V_0 — объем раствора бихромата калия, израсходованный на титрование, см³;

A — молярная концентрация бихромата калия, моль/дм³;

B — молярная масса эквивалента железа, равная 55,85 г/моль.

Массовую концентрацию раствора (T) бихромата калия по мышьяку (г/см³) вычисляют по формуле

$$T = A \cdot 0{,}015,$$

где A — молярная концентрация бихромата калия;

0,015 — количество мышьяка, соответствующее 1 см³ раствора бихромата калия концентрации 0,17 моль/дм³».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2: «3.2. При анализе баббитов марок Б83, Б88, навеску массой 3,0 г (при содержании мышьяка до 0,5 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 40 см³ концентрированной соляной кислоты, добавляют по каплям раствор перекиси водорода, не допуская отсутствия окислителя. После растворения навески раствор кипятят для удаления избытка перекиси водорода. К охлажденному раствору приливают 70—80 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют 2—3 г гипофосфита натрия или кальция. Раствор перемешивают, закрывают колбу обратным холодильником. Далее анализ проводят, как указано в п. 3.1».

Пункт 4.1. Заменить слова: «Т-титр раствора бихромата калия, выраженный в граммах мышьяка» на «Т-массовая концентрация раствора бихромата калия по мышьяку, г/см³».

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

(ИУС № 10 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru