УДК 669.65.018.24 : 546.87.06(083.74) Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# БАББИТЫ ОЛОВЯННЫЕ И СВИНЦОВЫЕ

## Методы определения содержания висмута

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

**ГОСТ 21877.6—76**

Взамен ГОСТ 1380.5—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 фотоколориметрические методы определения содержания висмута (при содержании висмута от 0,002 до 0,10%).

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

### 2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВИСМУТА С КСИЛЕНОЛОВЫМ ОРАНЖЕВЫМ

2.1. Сущность метода

Пробу растворяют в смеси бромистоводородной кислоты и брома, прибавляя хлорную кислоту. Олово и сурьму отгоняют в виде бромидов, свинец удаляют в виде хлорида. Висмут отделяют от меди и никеля соосаждением с гидроокисью железа и определяют колориметрированием комплекса с ксиленоловым оранжевым при длине волны 531 нм.

Метод соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 3874—73.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со всеми принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67, разбавленная 1 : 1, 1 : 8.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67 и разбавленная 1 : 1, 1 и 0,1 н. растворы.



gost.e-ecolog.ru

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—67.

Кислота хлорная.

Бром по ГОСТ 4109—64.

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

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, 1%-ный раствор; готовят следующим образом: 1 г хлорного железа растворяют в 10 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и разбавляют водой до 100 мл.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64 и разбавленный 1 : 20.

Кислота аскорбиновая, 10%-ный свежеприготовленный раствор.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—66, 0,1%-ный раствор.

Ксиленоловый оранжевый, 0,1%-ный раствор в 1 н. растворе азотной кислоты.

Висмут металлический по ГОСТ 10928—75.

Стандартные растворы висмута.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г металлического висмута растворяют в стакане вместимостью 250 мл в 20 мл концентрированной азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,1 мг висмута.

Раствор Б; готовят следующим образом: 100 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, прибавляют 20 мл концентрированной азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,02 мг висмута.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску баббита массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 мл и растворяют в 10 мл смеси для растворения, затем добавляют 5 мл хлорной кислоты и выпаривают до появления белых паров хлорной кислоты. Если раствор мутный, то прибавляют еще 5 мл смеси и снова выпаривают до появления паров хлорной кислоты. Эту операцию повторяют до просветления раствора, что указывает на полноту отгонки сурьмы и олова.

Затем раствор охлаждают, прибавляют 20 мл воды, 7 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и охлаждают в проточной воде. Выделившийся осадок хлористого свинца отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают небольшим количеством охлажденной соляной кислоты, разбавленной 1 : 8.

Фильтрат собирают в стакан вместимостью 250 мл, прибавляют 10 мл раствора хлорного железа, нейтрализуют аммиаком, прибавляют 10 мл в избыток и оставляют в теплом месте до коагуляции осадка. Фильтруют осадок через фильтр средней плотности, промывают горячим раствором аммиака, разбавленного 1 : 20. Осадок на фильтре растворяют в 5 мл горячей азотной кислоты, раз-

бавленной 1 : 1, собирая фильтрат в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают несколько раз горячей водой.

При содержании висмута до 0,015% используют весь раствор. При бо́льшем содержании висмута раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью на 100 мл, прибавляют 10 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, доводят до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора в стакан вместимостью 250 мл в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

| Содержание висмута, % | Аликвотная часть, мл |
|---|---|
| От 0,002 до 0,015 | Весь раствор |
| Св. 0,015 „ 0,05 | 25 |
| „ 0,05 „ 0,15 | 10 |

Раствор или его аликвотную часть выпаривают досуха. К охлажденному остатку прибавляют 2 мл 1 н. раствора азотной кислоты. Стенки стакана обмывают 3—4 мл воды и нагревают раствор до кипячения. К охлажденному раствору прибавляют 4 мл раствора аскорбиновой кислоты, 3 мл раствора фтористого натрия и 1 мл ксиленолового оранжевого. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 25 мл, доливают до метки водой и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность окрашенного соединения при длине волны 531 нм, пользуясь кюветой с толщиной слоя 3 см. Раствором сравнения служит нулевой раствор.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть стаканов вместимостью по 250 мл отбирают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 мл стандартного раствора висмута Б и осторожно выпаривают досуха. К охлажденному остатку прибавляют 3 мл 1 н. раствора азотной кислоты и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

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

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Содержание висмута ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m_1},$$

где $m$ — количество висмута, найденное по градуировочному графику, г;

$V_1$ — объем исходного раствора, мл;

$V_2$ — объем аликвотной части исходного раствора, мл;

$m_1$ — масса навески пробы, г.

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

Таблица 2

| Содержание висмута, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|---|---|
| От 0,002 до 0,005 | 0,001 |
| Св. 0,005 „ 0,01 | 0,002 |
| „ 0,01 „ 0,03 | 0,005 |
| „ 0,03 „ 0,05 | 0,008 |
| „ 0,05 „ 0,10 | 0,01 |

## 3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВИСМУТА С ТИОМОЧЕВИНОЙ (БЕЗ ОТДЕЛЕНИЯ МЕДИ)

3.1. Сущность метода

Пробу растворяют в смеси бромистоводородной кислоты и брома, прибавляя хлорную кислоту. Олово и сурьму отгоняют в виде бромидов, свинец удаляют в виде хлорида. Висмут определяют фотоколориметрированием комплекса с тиомочевиной при длине волны 440 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоколориметр или спектрофотометр со всеми принадлежностями.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—67.

Бром по ГОСТ 4109—64.

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

Кислота хлорная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67, разбавленная 1 : 1, 1 : 8.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73.

Висмут металлический по ГОСТ 10928—75, стандартный раствор; готовят следующим образом: 0,1 г металлического висмута растворяют в 20 мл концентрированной азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора содержит 0,1 мг висмута.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску баббита массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 мл и растворяют в 10 мл смеси для растворения, затем добавляют 5 мл хлорной кислоты и выпаривают до появле-

ния белых паров хлорной кислоты. Если раствор мутный, то прибавляют еще 5 мл смеси и снова выпаривают до появления паров хлорной кислоты. Эту операцию повторяют до просветления раствора, что указывает на полноту отгонки сурьмы и олова.

Затем раствор охлаждают, приливают 20 мл воды, 7 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и охлаждают в проточной воде. Выделившийся осадок хлористого свинца отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают небольшим количеством охлажденной соляной кислоты, разбавленной 1 : 8. Фильтрат и промывные воды собирают в стакан вместимостью 250 мл и выпаривают до появления паров хлорной кислоты.

При содержании свинца до 0,5% операцию отделения свинца опускают.

Хлорнокислый раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, вливают точно отмеренные 20,0 мл раствора тиомочевины, доводят до метки водой и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при длине волны 440 нм, пользуясь кюветами с толщиной слоя 5 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В стаканы вместимостью по 100 мл отбирают 0; 0,5; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 мл стандартного раствора висмута, добавляют по 5 мл хлорной кислоты и нагревают до выделения паров хлорной кислоты. Растворы охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью по 100 мл, приливают из пипетки или бюретки по 20 мл 10%-ного раствора тиомочевины, доводят до метки водой и фотометрируют. В качестве раствора сравнения используют нулевой раствор.

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

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Содержание висмута ($X$) в процентах вычисляют по формуле

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

где $m$ — количество висмута, найденное по градуировочному графику, г;

$m_1$ — масса навески пробы, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

| Содержание висмута, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|---|---|
| От 0,002 до 0,005 | 0,001 |
| Св. 0,005 „ 0,01 | 0,002 |
| „ 0,01 „ 0,03 | 0,005 |
| „ 0,03 „ 0,05 | 0,008 |
| „ 0,05 „ 0,10 | 0,01 |

**Изменение № 1 ГОСТ 21877.6—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Методы определения содержания висмута**

**Постановлением 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 $см^3$.

Вводную часть дополнить словами: «и атомно-абсорбционный метод определения содержания висмута (при содержании висмута от 0,005 до 0,1%)».

Пункт 2.1. Заменить слово: «колориметрированием» на «фотометрированием».

Пункт 2.2. Заменить ссылки: ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79, ГОСТ 4463—66 на ГОСТ 4463—76.

Пункты 2.2, 3.2. Заменить ссылки: ГОСТ 2062—67 на ГОСТ 2062—77, ГОСТ 4109—64 на ГОСТ 4109—79, ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77.

Стандарт дополнить разделом — 4:

**«4. Атомно-абсорбционный метод определения содержания висмута**

4.1. Сущность метода

Метод основан на избирательном поглощении света от стандартного источника атомами висмута. Раствор распыляют в ацетиленово-воздушное пламя атомно-абсорбционного спектрометра и измеряют абсорбцию при длине волны 33,1 нм.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрометр атомно-абсорбционный.

Стаканы из фторопласта вместимостью 50 $см^3$.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Смесь кислот для растворения: фтористоводородную и азотную кислоты смешивают с водой в соотношении 2:3:5 соответственно; хранят в полиэтиленовой посуде.

Стандартный раствор А висмута готовят, как указано в п. 2.2.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску баббита массой, указанной в табл. 4, помещают в стакан из фторопласта вместимостью 50 $см^3$ и приливают небольшими порциями 10 $см^3$ смеси для растворения. Далее анализ проводят как указано в ГОСТ 21877.3—76.

Таблица 4

| Содержимое висмута, % | Масса навески, г |
|---|---|
| От 0,005 до 0,02 включ. | 1 |
| Св. 0,02 » 0,1 » | 0,5 |

Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают ) см³ смеси для растворения, доливают водой до метки и перемешивают. Полученный раствор распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрометра и фотометрируют при длине волны 223,1 нм в условиях, казанных в ГОСТ 21877.3—76.

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

4.3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ отмеряют микробюреткой 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора А висмута, приливают по 10 см³ смеси для растворения, доводят водой до метки и перемешивают.

Фотометрируют растворы так же, как и растворы анализируемых проб.

По полученным средним значениям абсорбции и известным концентрациям висмута строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

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

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

где $C$ — концентрация висмута, найденная по градуировочному графику, мкг/см³;

$V$ — объем фотометрируемого раствора, см³;

$m$ — 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. 5.

Таблица 5

| Содержание висмута, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|---|---|
| От 0,005 до 0,01 включ. | 0,002 |
| Св. 0,01 » 0,03 » | 0,005 |
| » 0,03 » 0,05 » | 0,008 |
| » 0,05 » 0,007 » | 0,01 |
| » 0,07 » 0,1 » | 0,02 |

(ИУС № 6 1983 г.)

**Изменение № 2 ГОСТ 21877.6—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Методы определения содержания висмута**

**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 2.1. Последний абзац исключить.

Пункт 2.2. Заменить слова «1 н.; 0,1 н. растворы» на «растворы концентрации 1 моль/дм³ и 0,1 моль/дм³», «1 %-ный раствор» на «раствор 10 г/дм³», «10 %-ный свежеприготовленный раствор» на «свежеприготовленный раствор -ный раствор» на «раствор 1 г/дм³».

gost.e-ecolog.ru

Пункты 2.4.2, 3.4.2, 4.4.2. Заменить слова: «расхождения результатов параллельных определений» на «расхождения результатов анализа».

(ИУС № 10 1987 г.)