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 томно-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 мешивают 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 з фторопласта вместимостью 50 $см^3$ и приливают небольшими порциями 10 $см^3$ меси 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 0 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, указанных 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 см 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 100 г/дм³», «0,1 %-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.)