УДК 669.65.018.24 : 546.815.06(083.74) Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БАББИТЫ ОЛОВЯННЫЕ И СВИНЦОВЫЕ

Метод определения содержания свинца

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

ГОСТ 21877.4—76

Взамен ГОСТ 1380.11—70

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 мая 1976 г. № 1264 срок действия установлен

с 01.01. 1978 г.
с 01.01. 1978 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на оловянные и свинцовые баббиты и устанавливает объемный метод определения содержания свинца (при содержании свинца от 1 до 3%).

Метод основан на растворении пробы в смеси бромистоводородной кислоты и брома, отделении свинца в виде сернокислого и (после растворения в уксуснокислом аммонии) титровании при pH 5,5 раствором трилона Б с индикатором ксиленоловым оранжевым.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 3871—73.

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, разбавленная 1 : 1 и 1 : 50.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—67.

Бром по ГОСТ 4109—64.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67, разбавленная 1 : 1.

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

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—68, 25%-ный раствор.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962—67.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Свинец по ГОСТ 3778—74, не ниже марки СО.

Ксиленоловый оранжевый, смесь с хлористым натрием в соотношении 1 : 100 или 0,1%-ный водный раствор.

Соль динатриевая этилендиамин- N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,025 М раствор; готовят следующим образом: 9,305 г трилона Б растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску баббита массой 0,5 г помещают в высокий стакан вместимостью 400 мл, прибавляют 30 мл смеси для растворения, растворяют при умеренном нагревании и выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 10 мл смеси для растворения и вновь выпаривают досуха. Обработку смесью повторяют еще дважды, каждый раз ополаскивая стенки стакана, прибавляют 15 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, осторожно доводят водой до 150 мл и нагревают до растворения солей (кроме соли свинца). Раствор охлаждают, прибавляют 40 мл этилового спирта и оставляют без нагревания не менее чем на 4 ч. Осадок сернокислого свинца фильтруют на тампон из фильтробумажной массы, промывают 5—6 раз серной кислотой, разбавленной 1 : 50, и два раза водой. Фильтробумажную массу с осадком переносят в стакан, в котором проводилось осаждение, прибавляют 40 мл раствора уксуснокислого аммония и осторожно нагревают до кипения. Раствор переводят в колбу вместимостью 500 мл, разбавляют горячей водой до 150 мл, охлаждают (pH раствора должен быть 5,5—5,8), прибавляют немного ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из красно-фиолетовой в желтую.

3.2. Установка титра 0,025 м раствора трилона Б

Титр раствора трилона Б устанавливают по металлическому свинцу. 0,1 г свинца растворяют в 15 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, выпаривают до 1—2 мл, прибавляют 15 мл серной кислоты, разбавленной 1 . 1, и выпаривают до появления белых паров серного ангидрида. Раствор охлаждают, стенки стакана обмывают небольшим количеством воды и снова выпаривают до появления паров серной кислоты, затем охлаждают, осторожно прибавляют 150 мл воды и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

Титр раствора трилона Б (T), выраженный в г/мл свинца, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m_0}{V_0},$$

где m_0 — масса свинца, г;

V_0 — объем 0,025 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где V — объем 0,025 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;

T — титр раствора трилона Б, выраженный в граммах свинца на миллилитр;

m — масса навески пробы, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать 0,10%.

Изменение № 1 ГОСТ 21877.4—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания свинца

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.02.83 № 804 срок введения установлен

с 01.07.83

Наименование стандарта. Заменить слово: «Метод» на «Методы»; «Method» на «Methods».

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на $см^3$.

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «и атомно-абсорбционный метод определения содержания свинца (при содержании свинца от 0,05 до 3 %)»; второй абзац исключить.

Раздел 2. Заменить ссылки: ГОСТ 4204—66 на ГОСТ 4204—77, ГОСТ 2062—67 на ГОСТ 2062—77, ГОСТ 4109—64 на ГОСТ 4109—79, ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 3117—68 на ГОСТ 3117—78, ГОСТ 3778—74 на ГОСТ 3778—77.

Стандарт дополнить разделом — 2*а* (перед разд. 2):

«2а. **Объемный метод определения содержания свинца**

2а.1. Сущность метода

Метод основан на растворении баббита в смеси бромистоводородной кислоты и брома, отделении свинца в виде сернокислого и (после растворения в уксуснокислом аммонии) титровании при pH 5,5 раствором трилона Б с индикатором ксиленоловым оранжевым».

Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Атомно-абсорбционный метод определения содержания свинца

5.1. Сущность метода

Метод основан на избирательном поглощении света от стандартного источника атомами свинца. Раствор распыляют в ацетиленово-воздушное пламя атомно-абсорбционного спектрометра и измеряют абсорбцию при длине волны 283,8 нм.

5.2. 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.

Свинец по ГОСТ 3778—77.

Стандартные растворы свинца.

Раствор А: готовят следующим образом: 0,5000 г металлического свинца растворяют в 30 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:4, нагревают до удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. 1 $см^3$ раствора А содержит 0,5 $см^3$ свинца.

Раствор Б, готовят следующим образом: 20 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. 1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 $см^3$ свинца.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску баббита массой, указанной в табл. 1, помещают в стакан из фторопласта вместимостью 50 $см^3$ и приливают небольшими порциями по 10 $см^3$ смеси для растворения.

Далее анализ проводят по ГОСТ 21877.3—76.

Таблица 1

Содержание свинца, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, см³
От 0,1 до 0,5 включ.	0,5	100
Св. 0,5 » 3,0 »	0,2	250

Полученный раствор распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрометра и фотометрируют при длине волны 283,8 нм в условиях, указанных в ГОСТ 21877.3—76.

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

5.3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ отмеривают микробюреткой 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 см³ стандартного раствора Б и 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ стандартного раствора А, приливают 10 см³ смеси для растворения, доводят водой до метки и перемешивают. Фотометрируют, как указано при определении содержания меди (ГОСТ 21877.3—76).

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Содержание свинца (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где C — концентрация фотометрируемого раствора, мкг/см³;

V — объем фотометрируемого раствора, см³;

m — масса навески, г;

10^6 — коэффициент пересчета микрограммов в граммы.

5.4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Содержание свинца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,05 до 0,1 включ.	0,02
Св. 0,1 » 0,3 »	0,03
» 0,3 » 0,5 »	0,05
» 0,5 » 1,0 »	0,08
» 1,0 » 3,0 »	0,15

(ИУС № 6 1983 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 21877.4—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Методы определения содержания свинца

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. Последний абзац исключить.

Пункт 2. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор 250 г/дм^3», «0,1 %-ный водный раствор» на «водный раствор 1 г/дм^3», «0,025 М раствор» на «раствор концентрации 0,025 моль/дм^3».

Пункт 3.2. Заменить слова: «Титр» на «Массовую концентрацию», «титр раствора трилона Б(Т), выраженный в г/мл свинца» на «массовую концентрацию раствора трилона Б (Т) по свинцу, выраженную в г/см^3».

Пункт 4.1. Заменить слова: «Т-титр раствора трилона Б, выраженный в

gost.e-ecolog.ru

а миллилитр» на «Т-массовая концентрация раствора трилона Б по свинцу, г/см^3».

Пункты 4.2, 5.4.2. Заменить слова: «расхождения результатов параллельных определений» на «расхождения результатов анализа».

(ИУС № 10 1987 г.)