УДК 669.65.018.24 : 543.06(083.74)

Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БАББИТЫ ОЛОВЯННЫЕ И СВИНЦОВЫЕ

Методы определения содержания меди и свинца

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

ГОСТ 21877.3—76

Взамен ГОСТ 1380.3—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 весовой электролитический метод определения содержания меди (при содержании меди от 0,1 до 7%) и свинца (при содержании свинца от 0,1 до 0,5%) и фторйодометрический метод определения содержания меди.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 3870—73.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ И СВИНЦА

2.1. Сущность метода

Пробу растворяют в смеси кислот. Олово и сурьму отгоняют в виде бромида. Свинец при содержании его выше 1% отделяют в виде сернокислой соли. В азотнокислом растворе медь и свинец выделяют электролизом.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Электроды сетчатые платиновые цилиндрические по ГОСТ 6563—58.

Электролизер с мешалкой, рассчитанный на постоянный ток силой 3 А.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—67, разбавленная 1 : 1.
Кислота серная по ГОСТ 4204—66, разбавленная 1 : 1 и 2 : 98.
Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—67.
Бром по ГОСТ 4109—64.

Смесь кислот для растворения; готовят следующим образом: 45 мл соляной кислоты смешивают с 45 мл бромистоводородной кислоты и приливают 10 мл брома.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962—67.
Мочевина по ГОСТ 5691—67.
Аммоний азотнокислый по ГОСТ 5.1624—72.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску баббита массой 1,0—2,0 г помещают в стакан вместимостью 250 мл, растворяют в 30 мл смеси кислот для растворения и выпаривают при умеренном нагревании досуха. Затем к сухому остатку приливают еще 10 мл смеси и снова выпаривают досуха. Отгонку олова и сурьмы повторяют еще раз, ополаскивая смесью кислот стенки стакана. К сухому остатку прибавляют 20 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и кипятят до удаления брома. Далее, в зависимости от содержания свинца, анализ ведут, как указано в п. 2.3.2 или 2.3.3.

2.3.2. При содержании свинца до 1% к раствору прибавляют 2 г азотнокислого аммония, разбавляют до 100 мл водой и нагревают до 80—90°С. В раствор погружают платиновые электроды и электролит разбавляют водой так, чтобы сетки электродов были покрыты раствором на $^3/_4$ длины.

Электролиз проводят в течение 10 мин при силе тока 0,5—1,0 А, а затем 50 мин при силе тока 2—2,5 А и напряжении 2—3 В (при перемешивании). После обесцвечивания раствора прибавляют 0,1 г мочевины, стекло, стенки стакана и выступающие части электродов ополаскивают водой и ведут электролиз еще 10 мин. Если на свежепогруженной части катода не выделяется медь, электролиз считают законченным. Не выключая тока, стакан с электролитом удаляют и электроды быстро промывают, последовательно погружая их в два стакана с водой на 10 с. Затем промывают электроды этиловым спиртом.

Катод сушат при 105±5°С в течение 5 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. По разности взвешивания до и после электролиза вычисляют массу высаженной меди.

Анод высушивают в течение 5—7 мин при 200±5°С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. По разности до и после электролиза вычисляют массу выделившейся двуокиси свинца и определяют содержание свинца.

2.3.3. При содержании свинца выше 1% к раствору прибавляют 4 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и охлаждают раствор

до 15—18°С. Выделившийся сернокислый свинец фильтруют через плотный фильтр и промывают 3—5 раз серной кислотой, разбавленной 2:98. Объем доводят водой до 100 мл и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.2.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Содержание меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m) \cdot 100}{m_2},$$

где m — масса платинового катода до электролиза, г;

m_1 — масса платинового катода после электролиза, г;

m_2 — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Содержание меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,1 до 0,3	0,03
Св. 0,3 „ 0,5	0,05
„ 0,5 „ 1	0,07
„ 1 „ 2	0,12
„ 2 „ 3	0,13
„ 3 „ 4	0,14
„ 4 „ 5	0,15
„ 5 „ 7	0,16

2.4.3. Содержание свинца (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m) \cdot 0{,}86 \cdot 100}{m_2},$$

где m — масса платинового анода до электролиза, г;

m_1 — масса платинового анода после электролиза, г;

m_2 — масса навески пробы, г;

0,86 — коэффициент пересчета двуокиси свинца на свинец.

2.4.4. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл 2.

Таблица 2

Содержание свинца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,1 до 0,3	0,02
Св. 0,3 „ 0,4	0,03
„ 0,4 „ 0,5	0,04

3. ФТОРИОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ В СВИНЦОВЫХ БАББИТАХ

3.1. Сущность метода

Пробу растворяют в смеси соляной и бромистоводородной кислот с бромом. После удаления следов окислителя восстанавливают медь до одновалентной йодидом калия, при этом выделяется йод, который в растворе плавиковой кислоты титруют раствором тиосульфата.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—67.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67.

Бром по ГОСТ 4109—64.

Смесь для растворения: смешивают 45 мл соляной и 45 мл бромистоводородной кислот и осторожно приливают 10 мл брома.

Соляно-уксусная смесь; готовят следующим образом: к 200 мл концентрированной соляной кислоты добавляют 150 мл уксусной кислоты, разбавленной 1 : 1. Смесь хранят в закрытой склянке.

Аммоний фтористоводородный по ГОСТ 4518—60, раствор, приготовленный следующим образом: 600 г соли растворяют в 1 л воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, 20%-ный раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, свежеприготовленный 1%-ный раствор.

Спирт амиловый или хлороформ.

Стандартный раствор меди; готовят следующим образом: 0,500 г электролитической меди растворяют в стакане вместимостью 400—500 мл в 10 мл концентрированной азотной кислоты, закрыв стакан часовым стеклом. После растворения навески меди стекло обмывают, нагревают раствор до удаления окислов азота и сокращения объема до 2—3 мл. Остаток разбавляют водой, переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора содержит 1 мг меди.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—66, 0,25 н. раствор; готовят растворением 6,2 г соли в 1 л дистиллированной воды, содержащей 0,1 г карбоната натрия.

Для повышения стабильности раствора прибавляют 5 мл амилового спирта или 0,3 мл хлороформа.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску баббита массой 0,5—1,0 г помещают в стакан вместимостью 250—300 мл, приливают 10 мл смеси для растворения и по окончании бурной реакции нагревают до растворения. Раствор выпаривают досуха, не доводя до кипения. Сухие соли

смачивают 10 мл концентрированной соляной кислоты и также выпаривают досуха. Затем соли смачивают 5 мл концентрированной соляной кислоты и осторожно, не перегревая сухой остаток, удаляют избыток кислоты и ее конденсат на внутренней поверхности стакана.

Сухой остаток охлаждают, растворяют в 3,5 мл соляно-уксусной смеси, которую точно отмеривают из бюретки или пипетки, приливают 12,5 мл горячей воды, перемешивают и охлаждают.

Затем из пипетки приливают 5 мл раствора фтористого аммония, обмывая им внутренние стенки стакана, перемешивают, приливают 10 мл раствора йодистого калия и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия до соломенно-желтой окраски раствора. Затем прибавляют 3—5 мл раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синего окрашивания.

3.3.2. *Установка титра тиосульфата натрия*

Титр устанавливают по стандартному раствору соли меди. Для установки титра берут аликвотные части по 25,0 мл стандартного раствора, помещают в стакан вместимостью 300—400 мл и осторожно выпаривают досуха. Затем сухие соли обрабатывают дважды соляной кислотой, приливая каждый раз по 5 мл и следя за тем, чтобы соли после второй обработки не перекаливались, имели голубой цвет. После охлаждения приливают все реактивы и продолжают анализ, как указано в п. 3.3.1.

Титр раствора тиосульфата (T), выраженный в г/мл меди, вычисляют по формуле

$$T = \frac{V_1 \cdot T_1}{V_2},$$

где V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование, мл;

V_1 — объем стандартного раствора меди, взятый для установки титра, мл;

T_1 — титр стандартного раствора меди, г/мл.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Содержание меди (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, мл;

T — титр раствора тиосульфата натрия, выраженный в г/мл меди;

m — масса навески пробы, г.

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

Таблица 3

Содержание меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,1 до 0,2	0,03
Св. 0,2 до 0,5	0,05
„ 0,5 „ 1	0,07
„ 1 „ 2	0,12
„ 2 „ 3	0,13
„ 3 „ 4	0,14
„ 4 „ 6	0,15
„ 6 „ 7	0,16

Изменение № 1 ГОСТ 21877.3—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания меди и свинца

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 $см^3$.

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «и атомно-абсорбционный метод определения содержания меди (при содержании меди от 0,1 до 7 %)».

Пункт 2.2. Заменить ссылки: ГОСТ 6563—58 на ГОСТ 6563—75, ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 4204—68 на ГОСТ 4204—77, ГОСТ 2062—67 на ГОСТ 2062—77, ГОСТ 4109—64 на ГОСТ 4109—79, ГОСТ 5691—67 на ГОСТ 5691—77, ГОСТ 5.1624—72 на ГОСТ 22867—77.

Пункт 3.2. Заменить ссылки: ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 2062—67 на ГОСТ 2062—77, ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 4109—64 на ГОСТ 4109—79, ГОСТ 4518—60 на ГОСТ 4518—75, ГОСТ 4215—66 на ГОСТ 244—76.

Стандарт дополнить разделом — 4:

«4. Атомно-абсорбционный метод определения содержания меди

4.1. Сущность метода

Метод основан на избирательном поглощении света от стандартного источника атомами меди. Раствор распыляют в ацетиленово-воздушное пламя атомно-абсорбционного спектрометра и измеряют абсорбцию при длине волны 324,7 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 (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—78.

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

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Медь электролитическая по ГОСТ 859—78.

Стандартный раствор меди готовят следующим образом: 0,1000 г меди растворяют в 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:2, и кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,1 мг меди.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. В зависимости от содержания меди навеску оловянного 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, следя за тем, чтобы реакция не протекала бурно. Разложение свинцовых баббитов проводится следующим образом: навеску свинцового баббита массой, указанной в табл. 4, помещают в стакан из фторопласта вместимостью 50 $см^3$, приливают 10 $см^3$ смеси для растворения, подогревают, добавляют 10 $см^3$ воды, 2—3 капли перекиси водорода и нагревают до полного растворения, затем содержимое стакана охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 4, добавляют смесь для растворения из расчета 10 $см^3$ смеси на 50 $см^3$ объема раствора, доводят до метки водой и перемешивают. При содержании меди более 0,5 % отбирают аликвотную часть раствора, переводят в мерную колбу в соответствии с табл. 4, снова добавляют смесь для растворения, доводят водой до метки и перемешивают.

Таблица 4

Содержание меди, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, см³	Аликвотная часть раствора, см³	Вместимость мерной колбы при разведении, см³
От 0,1 до 0,3 включ.	0,3	250	—	—
Св. 0,3 » 0,5 »	0,2	250	—	—
» 0,5 » 1 »	0,2	100	10	50
» 1 » 2 »	0,2	100	10	100
» 2 » 4 »	0,2	100	5	100
» 4 » 5 »	0,2	250	5	50
» 5 » 7 »	0,2	250	5	100

Полученный раствор распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрометра и фотометрируют при длине волны 324,7 нм, используя в качестве источника излучения лампу с полым катодом.

Фотометрирование для каждой навески проводят три раза. К расчету принимают среднее арифметическое трех измерений с учетом результата, полученного при фотометрировании раствора контрольного опыта.

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

4.3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ отмеряют микробюреткой 0; 0,5; 1,0; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора меди, приливают по 10 см³ смеси для растворения, доводят водой до метки и перемешивают. Фотометрируют растворы, как указано в п. 4.3.1.

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

4.4. Обработка результатов

4.4.1 Содержание меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100 \cdot V_1}{m \cdot 10^6 \cdot a},$$

где C — концентрация меди, найденная по градуировочному графику мкг/см^3;

V — объем фотометрируемого раствора, см^3;

V_1 — объем первоначального разведения, см^3;

m — масса навески, г;

a — аликвотная часть раствора, см^3.

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 меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,1 до 0,3 включ.	0,03
Св. 0,3 » 0,5 »	0,05
Св. 0,5 до 1 включ.	0,07
» 1 » 2 »	0,1
» 2 » 4 »	0,15
» 4 » 7 »	0,2

(ИУС № 6 1983 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 21877.3—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Методы определения содержания меди и 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 2.3.2. Заменить слова: «содержании» на «массовой доли», «разбавляют до 100 мл водой» на «разбавляют до 150—180 $см^3$ водой».

Пункт 3.2. Заменить слова: «20 %-ный раствор» на «раствор 200 $г/дм^3$», «1 %-ный раствор» на «раствор 10 $г/дм^3$», «0,25 н. раствор» на «раствор концентрации 0,25 $моль/дм^3$».

Пункт 3.3.2. Заменить слова: «Титр» на «Массовую концентрацию», «Титр раствора тиосульфата ($Т$), выраженный в г/мл меди» на «Массовую концентрацию раствора ($Т$) тиосульфата по меди, выраженную в $г/см^3$».

Пункт 3.4.1. Заменить слова: «Т-титр раствора тиосульфата натрия, выраженный в г/мл меди» на «Т-массовая концентрация раствора тиосульфата натрия по меди, $г/см^3$».

Пункты 2.4.2, 2.4.4, 3.4.2, 4.4.2. Заменить слова: «расхождения результатов параллельных определений» на «расхождения результатов анализа».

(ИУС № 10 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru