УДК 669.65.018.24 : 546.621.06(083.74) Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БАББИТЫ ОЛОВЯННЫЕ И СВИНЦОВЫЕ

Методы определения содержания алюминия

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

ГОСТ 21877.10—76

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 фотоколориметрический и спектрохимический методы определения содержания алюминия (при содержании алюминия от 0,002 до 0,05%).

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 3873—73.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и бромистоводородной кислот с бромом. Сурьму и олово удаляют отгонкой в виде бромидов. Другие мешающие определению элементы отделяют при помощи тиоацетамида. Измеряют оптическую плотность окрашенного соединения алюминия с эриохромцианином R при длине волны 530 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со всеми принадлежностями.

pH-метр.

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 и 1 н. раствор.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—67.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—66 и разбавленная 1 : 24.

Бром по ГОСТ 4109—64.

Смесь для растворения: смешивают 45 мл соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3 и 45 мл бромистоводородной кислоты плотностью 1,49 г/см^3 и к смеси осторожно прибавляют 10 мл брома.

Тиоацетамид, 1%-ный раствор.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—64, 30%-ный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Мочевина по ГОСТ 6691—67.

Раствор хлорного железа; готовят следующим образом: 0,05 г железа, восстановленного водородом, растворяют в 5 мл соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3, прибавляя несколько капель перекиси водорода. После разложения избыточного количества перекиси раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят водой до метки.

Натрия гидрат окиси (едкий натр) по ГОСТ 4328—66, 2 н. раствор; готовят следующим образом: 80 г гидроокиси натрия растворяют в воде, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доводят водой до метки.

Кислота тиогликолевая, примерно 1%-ный раствор; готовят следующим образом: смешивают 10 мл тиогликолевой кислоты (96%-ной) и 12 мл уксусной кислоты, разбавляют водой и доводят до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 мл.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—68.

Натрий уксуснокислый безводный по ГОСТ 199—68.

Буферный раствор; готовят следующим образом: 46,4 г уксуснокислого аммония и 18,2 г уксуснокислого натрия растворяют в воде при перемешивании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доводят водой почти до метки. pH раствора должен быть 6. Для получения pH 6 при необходимости прибавляют 2 н. раствор гидроокиси натрия или уксусную кислоту и затем доводят водой до метки. Для измерения величины pH пользуются pH-метром.

Эриохромцианин R, раствор; готовят следующим образом: 0,35 г реактива растворяют в 2 мл азотной кислоты плотностью 1,4 г/см^3, прибавляют 60 мл воды и 0,3 г мочевины, содержимое перемешивают и оставляют в темном месте. Через 24 ч раствор фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доводят до метки водой. Хранят раствор в темной склянке.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г алюминия (чистотой не ниже 99,99%) растворяют в 20 мл соляной кислоты, раз-

бавленной 1 : 1, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доводят водой до метки.

1 мл раствора А содержит 0,1 мг алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: берут 25 мл раствора А в мерную колбу вместимостью 500 мл, прибавляют 4 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и доводят водой до метки. Раствор Б готовят непосредственно перед применением.

1 мл раствора Б содержит 0,005 мг алюминия.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску баббита массой 1 г помещают в высокий стакан вместимостью 250 мл и растворяют при нагревании в 15 мл смеси кислот для растворения. Раствор осторожно выпаривают досуха, не доводя его до кипения. Затем прибавляют 5 мл соляной кислоты, 0,5—1 мл брома и снова выпаривают досуха. Эту операцию повторяют еще раз. К остатку приливают 5 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и кипятят до улетучивания брома, затем осторожно приливают 1,0 мл концентрированной серной кислоты и выпаривают до появления паров серного ангидрида. К охлажденному раствору добавляют 25 мл воды, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают до кипения, затем приливают 10 мл раствора тиоацетамида, кипятят раствор 10 мин, отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности и промывают 5—6 раз серной кислотой, разбавленной 1 : 24. Осадок отбрасывают. К фильтрату прибавляют 1—2 мл пергидроля и выпаривают досуха. Сухой остаток выщелачивают 1 мл 1 н. раствора соляной кислоты, 5 мл воды и переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл.

При содержании алюминия до 0,005% раствор в мерной колбе доводят водой до 20 мл, прибавляют 1 мл раствора хлорного железа, 10 мл раствора тиогликолевой кислоты и по каплям 2 н. раствор гидроокиси натрия до образования фиолетовой окраски раствора. Затем прибавляют по каплям 1 н. раствор соляной кислоты до исчезновения окраски и в избыток 2 мл. После этого прибавляют 20 мл раствора эриохромцианина и через 5 мин 30 мл буферного раствора. Разбавляют водой до метки и через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 530 нм в кювете с толщиной слоя 3 см. В качестве раствора сравнения используют раствор, не содержащий алюминия.

При содержании алюминия свыше 0,005% к раствору, переведенному в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 10 мл 1 н. раствора соляной кислоты и доводят водой до метки. Аликвотную часть раствора отбирают пипеткой и переносят в другую мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют водой до 20 мл и далее анализ ведут, как указано выше.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В десять мерных колб вместимостью по 100 мл вносят из пипетки или микробюретки: 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 и

15,0 мл стандартного раствора алюминия Б и разбавляют водой до 20 мл. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1. На основе полученных значений оптических плотностей строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

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

где m — количество алюминия, найденное по градуировочному графику, г;

V — объем исходного раствора, мл;

V_1 — объем аликвотной части исходного раствора, мл;

m_1 — масса навески пробы, г.

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

Таблица 1

Содержание алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,005	0,001
Св. 0,005 „ 0,01	0,002
„ 0,01 „ 0,02	0,004
„ 0,02 „ 0,05	0,008

3. СПЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на переводе анализируемой пробы металла в окись. Окисленный образец смешивают с угольным порошком и помещают в кратер нижнего угольного электрода. Для возбуждения спектра используется дуга переменного тока. Спектр дуги фотографируют с помощью спектрографа. Измеряют почернения аналитических линий и «внутреннего стандарта». Концентрации определяемых элементов находят по градуировочному графику.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрограф для регистрации ультрафиолетовой области спектра с трехлинзовой системой освещения.

Генератор дуги переменного тока.

Электропечь муфельная с терморегулятором.

Сушильный шкаф.

Кварцевые выпаривательные чашки.

Колбы конические или стаканы из кварца.

Весы торсионные или аналитические.

Микрофотометр.

Ступка из органического стекла.

Фотопластинки спектральные типа I по ГОСТ 10691—63.

Спектрально-чистые угли.

Баня электрическая или электроплитка.

Проявитель и фиксаж по ГОСТ 2817—50.

Меди окись, ч. д. а.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962—67.

Свинца окись по ГОСТ 9199—68, ч. д. а.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67, х. ч., перегнанная.

Сурьмы трехокись, ч. д. а.

Алюминия окись, ч. д. а.

Олова окись по ГОСТ 5.1510—72, ч. д. а.

3.3. Приготовление градуировочных образцов

Образцы готовят идентичными по содержанию основных компонентов анализируемым пробам. Основой для приготовления образцов служит смесь соответствующих количеств окисей: олова, сурьмы и меди (для баббитов марок Б88, Б83 и БС6), олова, сурьмы и свинца (для баббитов марок Б16, БН и БС6).

В головной образец, содержащий 1% алюминия в расчете на металл, последний вводят в виде окиси. Образец перемешивают со спиртом. Затем сушат, прокаливают и снова тщательно перемешивают.

Рабочие образцы готовят последовательным разбавлением каждого предыдущего образца основой. Готовят серию образцов с содержанием алюминия в них от 0,003 до 0,1%.

3.4. Проведение анализа

От средней пробы отбирают навеску массой 3—5 г, которую помещают в коническую колбу или стакан и наливают 50—70 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. Пробу растворяют при умеренном нагревании. Раствор выпаривают досуха, а затем прокаливают получившиеся азотнокислые соли в муфельной печи.

Полученный при растворении и прокаливании осадок окисей металлов и эталоны смешивают с угольным порошком в соотношении 1 : 1, набивают в кратер угольных электродов, имеющих размер 3×3 мм, закапывают спиртом и сушат в сушильном шкафу. При спектрографировании электроды помещают так, чтобы нижним электродом служил электрод с пробой, верхним — угольный электрод, заточенный на усеченный конус с диаметром площадки 1,5—2 мм. Спектры возбуждают в дуге переменного тока силой 10—12 А. Время экспозиции 1 мин, ширина щели спектрографа 0,015 мм, промежуточная диафрагма полная. Время проявления

пластинки 3 мин при температуре проявителя 18—20°С. Регистрацию спектров производят на пластинки типа I. Аналитический промежуток 2 мм. Анализ проводят в двух навесках по три параллельных определения для каждой навески.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. На полученных спектрограммах фотометрируют почернения линий определяемого элемента и линии «внутреннего стандарта».

В табл. 2 указаны используемые аналитические линии и линии «внутреннего стандарта».

Таблица 2

Определяемый элемент	Аналитические линии, Å	Линии „внутреннего стандарта", Å
Алюминий	3082,2	Олово 3218,6 Свинец 3220,5

По результатам фотометрирования спектров эталонов строят градуировочные графики в координатах ΔS—$\lg C$.

По результатам фотометрирования спектров проб находят по этим графикам содержание алюминия. Результат умножают на переводной коэффициент 1,2.

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

Таблица 3

Содержание алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
До 0,005	0,002
От 0,005 до 0,01	0,004
Св. 0,01 „ 0,02	0,006
„ 0,02 „ 0,03	0,01
„ 0,03 „ 0,05	0,02

Изменение № 1 ГОСТ 21877.10—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Методы определения содержания алюминия

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 $см^3$.

Пункт 2.2. Заменить ссылки: ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 2062—67 на ГОСТ 2062—77, ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 4204—66 на ГОСТ 4204—77, ГОСТ 4109—64 на ГОСТ 4109—79, ГОСТ 10929—64 на ГОСТ 10929—76, ГОСТ 6691—67 на ГОСТ 6691—77, ГОСТ 4328—66 на ГОСТ 4328—77, ГОСТ 3117—68 на ГОСТ 3117—78, ГОСТ 199—68 на ГОСТ 199—78.

Пункт 3.2. Заменить ссылки: ГОСТ 10691—63 на ГОСТ 10691.0-73—ГОСТ 10691.4-73, ГОСТ 9199—67 на ГОСТ 9199—77, ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461——77, ГОСТ 5.1510—72 на ГОСТ 22516—77.

(ИУС № 6 1983 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 21877.10—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Методы определения содержания алюминия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.06.87 № 2464

Дата введения 01.03.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания», «content».

Вводная часть. Последний абзац исключить.

Пункт 2.2. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор 10 г/дм^3», «30 %-ный раствор» на «раствор 300 г/дм^3», «2 н. раствор» на «раствор концентрации 2 моль/дм^3», «1 н. раствор» на «раствор концентрации 1 моль/дм^3».

Пункты 2.4.2, 3.5.2. Заменить слова: «расхождения результатов параллельных определений» на «расхождения результатов анализа».

Пункт 3.2. Первый абзац дополнить словами: «или спектрограф любого типа, работающий в ультрафиолетовой области, с фотографической или фотоэлектрической регистрацией»;

шестой абзац. Исключить слова: «Колбы конические или»;

десятый абзац изложить в новой редакции: «Фотопластинки спектрографические типа 1 или ЭС»;

заменить ссылку: «по ГОСТ 2817—50» на «по ГОСТ 10691.0-73—ГОСТ 10691.4-73. Допускается применение проявителя и фиксажа любого состава»;

после слов «Меди окись, ч.д.а.» дополнить словами: «по ГОСТ 16539—79».

Пункт 3.4 изложить в новой редакции: «3.4. От средней пробы отбирают навеску массой 3—5 г, которую помещают в кварцевый стакан или чашку, наливают 50—70 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Пробу растворяют при умеренном нагревании. Раствор выпаривают досуха, а затем прокаливают получившиеся азотнокислые соли в муфельной печи при температуре 500—550 °С в течение 20 мин.

Полученный при растворении и прокаливании осадок окисей металлов и эталоны набивают в кратер угольных электродов, имеющих размер 3×3 мм с боковым отверстием 1 мм. Перед спектрографированием угольные электроды необходимо обжечь в дуге переменного тока силой 10—12 А в течение 15 с.

При спектрографировании электроды помещают так, чтобы нижним электродом служил электрод с пробой, верхним — угольный электрод, заточенный на усеченный конус с диаметром площадки 1,5—2,0 мм. Спектры возбуждают в дуге переменного тока силой 10—12 А.

Время экспозиции, промежуточную диафрагму, ширину щели выбирают оптимальным для получения интенсивности спектров в области нормальных почернений. Спектры возбуждают в дуге переменного тока силой 10 А. Время проявления пластинки 3 мин при температуре проявления 18—20 °С. Регистрацию спектров проводят на пластинке типа 1 или ЭС.

gost.e-ecolog.ru

Определение содержания алюминия ведут из одной навески по трем параллельным определениям».

(ИУС № 10 1987 г.)