

БАББИТЫ ОЛОВЯННЫЕ И СВИНЦОВЫЕ**Метод определения содержания олова**

Tin and lead babbitts. Method for the determination of tin content

**ГОСТ
21877.2—76**Взамен
ГОСТ 1380.2—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 объемный метод определения содержания олова (при содержании олова от 5 до 20%).

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте. После прибавления соляной кислоты медь и сурьму восстанавливают металлическим железом и отфильтровывают. Олово в фильтрате восстанавливают алюминием или свинцом, а затем определяют его йодометрическим титрованием.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 3868—73.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

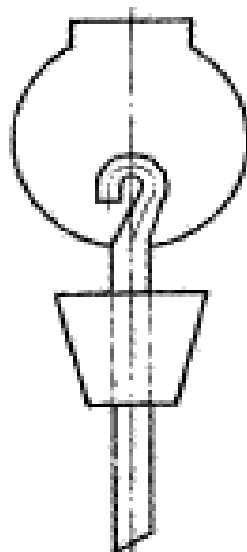
Затвор Геккеля (см. чертеж).

Содовый затвор Геккеля служит для предохранения двухвалентного олова от окисления кислородом воздуха. Затвор вставляют в горло колбы при помощи резиновой пробки и заполняют насыщенным раствором бикарбоната натрия.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67.

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201—66, насыщенный раствор.



Свинец марки СО по ГОСТ 3778—74, гранулированный или в виде пластинок, свернутых в спирали.

Алюминий металлический по ГОСТ 12595—72 в виде пластинок или стружки марок А99, А97 или А95.

Железо металлическое в виде мягкой спирали или мелких гвоздей. Гвозди прокалывают для удаления масла, промывают соляной кислотой, разбавленной 1:1, и проверяют на присутствие олова, цинка и кадмия.

Олово марки О1 или ОВ4 по ГОСТ 5.1027—71.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Йод по ГОСТ 4159—64, 0,05 н. раствор; готовят следующим образом: 40 г йодистого калия растворяют в 35—40 мл воды в конической колбе вместимостью 150—200 мл с притертой пробкой. В раствор всыпают 6,5 г металлического йода и перемешивают до полного растворения. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 л, разбавляют водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в темной склянке. Титр раствора устанавливают по металлическому олову через 10—15 дней.

Крахмал водорастворимый по ГОСТ 10163—76, свежеприготовленный 1%-ный раствор: 1 г растворимого крахмала тщательно растирают в ступке с 10 мл теплой воды, вливают в 90 мл кипящей воды, кипятят 3—5 мин и охлаждают.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В коническую колбу вместимостью 250 мл помещают навеску баббита массой 0,5 г, приливают 20 мл концентрированной серной кислоты и нагревают до отгонки серы со стенок колбы, пол-

ного растворения пробы и побеления осадка при температуре выделения паров сернистого ангидрида. Затем колбу охлаждают, осторожно приливают 100 мл воды, 20 мл соляной кислоты, добавляют 20—30 г мелких железных гвоздей и ведут восстановление при нагревании на водяной бане около 1 ч до выделения меди и сурьмы в виде металлической губки. Раствор фильтруют через ватный тампон и промывают 20—30 мл горячей соляной кислоты, разбавленной 1:9.

3.2. К прозрачному раствору приливают 20 мл концентрированной соляной кислоты и 2,0—2,5 г металлического алюминия небольшими порциями. Через 30 мин приливают еще 20 мл соляной кислоты, нагревают до кипения и кипятят до полного растворения избытка алюминия и губки выделившегося олова. Колбу снимают с плиты, быстро закрывают затвором Геккеля, наполняют его насыщенным раствором бикарбоната натрия и охлаждают в проточной воде, следя за тем, чтобы затвор все время был заполнен раствором бикарбоната натрия.

С охлажденной колбы быстро снимают затвор, приливают 3—5 мл раствора крахмала и титруют олово 0,05 н. раствором йода до слабо-синего окрашивания.

3.3. При восстановлении свинцом к раствору после отделения меди и сурьмы прибавляют 20 мл концентрированной соляной кислоты, 50 г свинца в виде гранул или спиралей и ведут восстановление в течение 30 мин при слабом кипячении, закрыв колбу часовым стеклом. За 5 мин до конца восстановления колбу закрывают затвором Геккеля, наполненным бикарбонатом натрия. По окончании восстановления раствор охлаждают в проточной воде и далее анализ ведут, как указано в п. 3.2.

3.4. Установка титра раствора йода

Титр раствора йода устанавливают по металлическому олову. Для этого 0,1 г олова помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, растворяют в 20 мл концентрированной серной кислоты, охлаждают, приливают 100 мл воды, 20—25 мл соляной кислоты и, в зависимости от выбора восстановителя, продолжают анализ, как указано в п. 3.2 или 3.3.

Титр 0,05 н. раствора йода, выраженный в г/мл олова, вычисляют по формуле

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

где m — масса навески металлического олова, г;

V_0 — объем 0,05 н. раствора йода, израсходованный на титрование олова, мл.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где V — объем 0,05 н. раствора йода, израсходованный на титрование, мл;

T — титр 0,05 н. раствора йода, выраженный в граммах олова на миллилитр;

m — масса навески пробы, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Содержание олова, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 5 до 6	0,15
Св. 6 до 8	0,17
„ 8 „ 11	0,20
„ 11 „ 14	0,23
„ 14 „ 18	0,25
„ 18 „ 20	0,28

Изменение № 1 ГОСТ 21877.2—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания олова

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 см³.

Раздел 2. Заменить ссылки: ГОСТ 4204—66 на ГОСТ 4204—77, ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 4201—66 на ГОСТ 4201—79, ГОСТ 3778—74 на ГОСТ 3778—77, ГОСТ 12595—72 на ГОСТ 11069—74 и ГОСТ 11070—74,

ГОСТ 5.1027—71 на ГОСТ 860—75, ГОСТ 4159—64 на ГОСТ 4159—79;

шестой абзац дополнить словами: «Свинец используют для анализа многократно, для чего его перед употреблением кипятят 5—10 мин в соляной кислоте, разбавленной 1:1, затем промывают водой;

восьмой абзац дополнить словами: «Гвозди используют для анализа несколько раз, для чего перед употреблением их кипятят 1—2 мин в соляной кислоте, разбавленной 1:1, затем промывают водой».

(ИУС № 6 1983 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 21877.2—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Метод определения содержания олова

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. Заменить слова: «оловянные и свинцовые баббиты» на «Баббиты оловянные и свинцовые марок Б16, БН, БС6»;

последний абзац исключить.

Пункт 2. Заменить слова: «0,05 н. раствор йода» на «раствор йода концентрации 0,05 моль/дм³», «1 %-ный раствор» на «раствор 10 г/дм³», «титр раствора» на «массовую концентрацию раствора».

Пункт 3.2. Заменить слова: «0,05 н. раствором йода» на «раствор йода концентрации 0,05 моль/дм³».

Пункт 3.4. Заменить слова: «Титр раствора» на «Массовая концентрация раствора», «Титр 0,05 н. раствора йода, выраженный в г/мл олова» на «Массовую концентрацию раствора 0,05 моль/дм³ йода по олову, выраженную в г/см³».

Пункт 4.1. Заменить слова: «0,05 н. раствора йода» на «раствор йода концентрации 0,05 моль/дм³», «*T* — титр 0,05 н. раствора йода, выраженный в граммах олова на миллилитр» на «*T*-массовая концентрация раствора 0,05 моль/дм³ йода по олову, г/см³».

Пункт 4.2. Заменить слова: «расхождения результатов параллельных определений» на «расхождения результатов анализа».

(ИУС № 10 1987 г.)