

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

БАББИТЫ КАЛЬЦИЕВЫЕ

Метод определения содержания меди

Lead-calcium bearing alloys.
Method for determination of copper content

МКС 77.160.20
ОКСТУ 1709

ГОСТ
1219.8-74

Взамен
ГОСТ 1219-60
в части разд. IX

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 17 января 1974 г. № 150
дата введения установлена

01.01.75

Ограничение срока действия снято по протоколу № 2-92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2-93)

Настоящий стандарт распространяется на кальциевые баббиты и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания меди (при массовой доле меди от 0,01 до 0,20 %).

Метод основан на реакции взаимодействия меди с диэтилдитиокарбаматом натрия с образованием комплексного соединения, окрашенного в желтый или желтовато-коричневый цвет в зависимости от содержания меди.

В разбавленных растворах образуется коллоидный раствор, который при измерении оптической плотности стабилизируют добавлением раствора желатина в качестве защитного коллоида.

Влияние мешающих компонентов устраниют осаждением серной кислотой и водным раствором аммиака.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 1219.0-74.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, разбавленная 2:98.

Железо хлорное по ГОСТ 4147-74, 5 %-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293-89, 0,5 %-ный раствор.

Лакмусовая индикаторная бумага.

Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864-71, 0,5 %-ный раствор.

Медь электролитная.

Растворы меди.

Раствор A; готовят следующим образом: 0,1 г меди растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора A содержит 0,1 мг меди.

С. 2 ГОСТ 1219.8—74

Раствор *B*; готовят следующим образом: 10 см³ раствора *A* помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора *B* содержит 0,01 мг меди.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску баббита 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до полного растворения сплава и удаления окислов азота.

После охлаждения приливают 20 см³ воды и 5 см³ серной кислоты, дают отстояться 10 мин, после чего отфильтровывают осадок сернокислого свинца и промывают его в колбе и на фильтре 3—4 раза серной кислотой, разбавленной 2:98. Осадок отбрасывают. В фильтрат прибавляют 5 см³ раствора хлорного железа, нейтрализуют водным раствором аммиака до изменения окраски индикаторной лакмусовой бумаги в синий цвет и приливают еще 2 см³ аммиака в избыток. Раствор нагревают до кипения и коагуляции осадка.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 3—4 раза холодной водой. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Аликовтную часть раствора 50 см³ при массовой доле меди до 0,1 % и 10 см³ при массовой доле меди выше 0,1 % (в конечном объеме массовой доле меди должно быть не более 0,1 мг) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 5 см³ раствора желатина, 10 см³ раствора аммиака, 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, доводят до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора тотчас же измеряют на фотоколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 410—420 нм) в кювете с толщиной слоя 30 мм. Раствором сравнения служит аликовтная часть исследуемого раствора, к которому прибавляют все реактивы, необходимые для фотоколориметрирования, за исключением раствора диэтилдитиокарбамата натрия. Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт на определение содержания меди в реактивах.

По найденным значениям оптической плотности анализируемого раствора с учетом поправки контрольного опыта находят содержание меди по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика.

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 0; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0 см³ раствора *B*, что соответствует 0; 0,01; 0,03; 0,05; 0,07; 0,10 мг меди. Затем прибавляют все необходимые для фотоколориметрирования реактивы в той же последовательности и в тех же количествах, как указано в п. 3.1.

В качестве раствора сравнения применяют аликовтную часть раствора *B* с добавлением всех реактивов, за исключением раствора диэтилдитиокарбамата натрия.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям концентраций стандартного раствора меди строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Массовую долю меди (*X*) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{g \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где *g* — количество меди, найденное по градуировочному графику, мг;

m — навеска, соответствующая аликовтной части раствора, г;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов на граммы.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать 0,002 % при массовой доле меди от 0,01 до 0,03 %; 0,004 % при массовой доле меди выше 0,03 до 0,1 %; 0,005 % при массовой доле меди выше 0,1 до 0,2 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 1219.0—74 Баббиты кальциевые. Общие требования к методам химического анализа	1
ГОСТ 1219.1—74 Баббиты кальциевые. Метод определения содержания кальция	3
ГОСТ 1219.2—74 Баббиты кальциевые. Метод определения содержания натрия	6
ГОСТ 1219.3—74 Баббиты кальциевые. Метод определения содержания алюминия	8
ГОСТ 1219.4—74 Баббиты кальциевые. Метод определения содержания магния	11
ГОСТ 1219.5—74 Баббиты кальциевые. Метод определения содержания олова	13
ГОСТ 1219.6—74 Баббиты кальциевые. Метод определения содержания сурьмы	15
ГОСТ 1219.7—74 Баббиты кальциевые. Метод определения содержания висмута	17
ГОСТ 1219.8—74 Баббиты кальциевые. Метод определения содержания меди	19

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 08.07.2003. Подписано в печать 29.09.2003. Усл.печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 1,80.
Тираж 85 экз. С 12288. Зак. 285.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов