

## БАББИТЫ КАЛЬЦИЕВЫЕ

Метод определения содержания меди

ГОСТ

1219.8—74\*

Lead-calcium bearing alloys.  
Method for determination of copper contentВзамен  
ГОСТ 1219—60  
в части разд. IX

ОКСТУ 1709

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

с 01.01.75

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 12.11.84 № 3869  
срок действия продлен~~до 01.01.88~~Несоблюдение стандарта преследуется по закону *СЭС Офисисс*  
*12/193*

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 устраняют 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.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

\* Переиздание (январь 1986 г.) с Изменениями № 1, 2,  
утвержденными в ноябре 1979 г., ноябре 1984 г. (ИУС 1—80, 2—85).

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, 0,5%-ный раствор.

Лакмусовая индикаторная бумага.

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

Медь электролитная.

Растворы меди.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г меди растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг меди.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг меди.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску баббита 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, растворяют в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до полного растворения сплава и удаления окислов азота.

После охлаждения приливают 20 см<sup>3</sup> воды и 5 см<sup>3</sup> серной кислоты, дают отстояться 10 мин, после чего отфильтровывают осадок серноокислого свинца и промывают его в колбе и на фильтре 3—4 раза серной кислотой, разбавленной 2:98. Осадок отбрасывают. В фильтрат прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, нейтрализуют водным раствором аммиака до изменения окраски индикаторной лакмусовой бумаги в синий цвет и приливают еще 2 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 50 см<sup>3</sup> при массовой доле меди до 0,1% и 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора желатина, 10 см<sup>3</sup> раствора аммиака, 10 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата натрия, доводят до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора тотчас же измеряют на фотокориметре с синим светофильтром (область светопропускания 410—420 нм) в кювете с толщиной слоя 30 мм. Раствором сравнения служит аликвотная часть исследуемого раствора, к которому прибавляют все реактивы, необходимые для фотокориметрирования, 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 см<sup>3</sup> помещают 0; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0 см<sup>3</sup> раствора *Б*, что соответствует 0; 0,01; 0,03; 0,05; 0,07; 0,10 мг меди. Затем прибавляют все необходимые для фотокориметрирования реактивы в той же последовательности и в тех же количествах, как указано в п. 3.1.

В качестве раствора сравнения применяют аликвотную часть раствора *Б* 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 аликвотной части раствора, г;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов на граммы.

4.2. Абсолютные допускаяемые 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 свыше 0,03 до 0,1%; 0,005% при массовой доле меди свыше 0,1 до 0,2%.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).