

**МИНИСТЕРСТВО ТРАНСПОРТА И КОММУНИКАЦИЙ
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

РЕСПУБЛИКАНСКОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ

«ҚАЗАҚСТАН ТЕМІР ЖОЛЫ»

ДЕПАРТАМЕНТ ПЕРЕВОЗОК ДП

«РЕМЛОКОМОТИВ»

**ИНСТРУКТИВНЫЕ УКАЗАНИЯ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА БРОНЗЫ ДЛЯ
БРОНЗОВЫХ ВКЛАДЫШЕЙ**

г. Астана 2001г.


Республиканское государственное предприятие

« Казаксан тем!р жолы»
ДГП « Ремлокомотив»

Согласовано:
Начальник проектного
конструкторско-
технологического
бюро
В. С. Сорокожердев.



Утверждаю:
Директор



А. К.
« / / » Кажыгулов.»

ДГП
«Ремлокомотив»

**Инструктивные указания по контролю качества бронзы
для бронзовых вкладышей.**

Согласовано:
Главный метролог
РГП « Казахстан тем*р
жолы»



А. П. Лисовский.

Исполнители:
Начальник ЦХТО ПКТЬ
ЦТ. В. Ильина.

Инженер ЦХТО ПКТЬ ЦТ
А*Т* у"
J/fms' Л. С, Терпи лове
кая
J

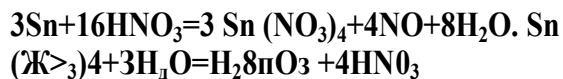
гАстана
2001г

Анализ оловянистых бронз

Оловянистые бронзы разделяются на марки в зависимости от содержания олова, свинца и цинка. В названиях марок буквы обозначают металлы, входящие в сплав (О-олово, Ц-цинк, С-свинец, Н-никель, Ф-фосфор, а цифры- соответствующий процент металла. Например: бронза марки ОС-7-17 содержит олово -7 %, свинца- 17%. Наиболее часто на ж.д . транспорте применяются бронзы следующих марок по ГОСТ 613-79: Бр ОЗЦ12С5- для арматуры общего назначения. Бр 05С25-для подшипников скольжения. Бр 05Ц5С5-вкладышей подшипников. В связи с тем, что во многих депо производится медное литье, большое значение имеет анализ оловянистых бронз. Для успешного проведения технологического процесса цветного литья и получения бронз нужного состава, необходимо знать химический состав не только паспортной бронзы, но также стружки и лома.

1.Определение олова весовым способом.

При растворении стружки бронзы в азотной кислоте, олово окисляется в нерастворимую оловянную кислоту по реакции:



Оловянную кислоту отделяют и определяют весовым способом:

Реактивы:

- 1.Азотная кислота удельный вес -1,2г\дм³
- 2..Азотнокислый аммоний-15 % раствор.
- 3.Азотная кислота - 1% раствор.
- 4.Железистосинеродистый калий К4 Ре(СМ)б-10 % раствор.
5. Муфельная печь.

Выполнение анализа:

Навеску бронзовой стружки-0,5г растворяют в 20-30 см³ азотной кислоты уд. Вес-1,2г\дм³ , когда растворение закончится, содержимое стакана выпаривают на водяной или песчаной бане до объема 5 см³.К содержимому стакана приливают около 80 см³ горячей воды, 20 см³ -15% раствора NH₄ NO₃ и осторожно нагревают на асбестовой сетке до кипения, которое продолжают в течение 8-10 минут, что необходимо для коагуляции выпавшего осадка оловянной кислоты и для полного извлечения адсорбированных этим осадком солей. Стакану с осадком дают постоять в теплом месте 20-30 минут и отфильтровывают раствор через плотный беззольный фильтр (синяя лента) с бумажной массой.

Фильтрат должен быть совершенно прозрачным, в противном случае его перефильтровывают. Осадок оловянной кислоты промывают в стакане декантацией 2-3 раза 1% раствором горячей азотной кислоты, затем переносят его на фильтр и промывают той же жидкостью до исчезновения реакции на медь с раствором K₄Fe (CN)

6- Промытый осадок помещают во взвешенный фарфоровый тигель, осторожно высушивают, после чего постепенно без воспламенения, озоляют фильтр. Охладив тигель, смачивают его содержимое двумя каплями концентрированной азотной кислоты, которую затем выпаривают досуха и прокаливают при температуре 800° С в течение 25-30 минут.

$\% \text{ Sn} = (A \times 78,77) : D$ A - вес осадка SnO₂ в г. D - навеска бронзы в г. 78,77 - постоянное число.

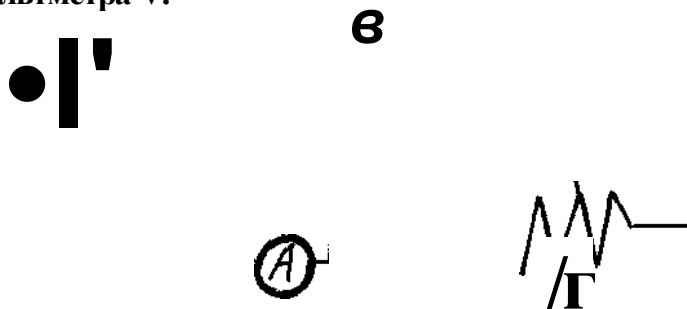
2. Определение свинца и меди в бронзе электролитическим способом.

Фильтрат вместе с промывными водами после отделения осадка оловянной кислоты упаривают до объема 100-120 см³, приливают 15 см³ НМОз удельный вес 1,4 г\ дм³ нагревают до 70-80°С и подвергают электролизу с сетчатыми электродами Фишера, перемешивая электролит при помощи мешалки. Сетчатые электроды, предварительно высушенные и взвешенные соединяют медными проводниками с источником тока (см. схему).

BC - (источник тока).

V - вольтметр постоянного тока на 5 вольт A - амперметр постоянного тока на 5 вольт. R - реостат движковый на 30 ом. Отрицательный полюс B присоединяют к катоду К.

Положительный полюс С соединяют с реостатом, другую клемму реостата R соединяют с амперметром А, который посредством клеммы соединен с другим электродом. Этот электрод Д является анодом. Разность потенциалов на электродах измеряется посредством вольтметра-V.



Соединения n/zi\$o/га
Ъля

Электролиз ведут при силе тока 1,8-2 ампера и напряжении 2,2-2,4 вольта. При этих условиях свинец осаждается на аноде в виде двуокиси РвСЬ . Через 30-35 минут после начала электролиза, когда большая часть свинца будет осаждена, к электролизу приливают 2-3 см³ серной кислоты (1:1) и, не прекращая перемешивания, приливают по стенкам стакана 25 см³ 10 %-ного раствора аммиака (для нейтрализации азотной кислоты).

После этого продолжают электролиз, до выделения меди, полноту которого проверяют более глубоким погружением электродов. Оба электрода по окончании электролиза, не прерывая тока, промывают дистиллированной водой, потом спиртом. Анод с РвОз сушат при 180° (поставив его в плоскую тонкостенную

фарфоровую чашку). В течение 30–40 минут охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

$$\% \text{Pb} = (A \times 86,6) : D$$

A- вес осадка PbO в г. D- навеска бронзы. 86,6 - постоянное число.

$$\% \text{Si} = (A \times 100) : D$$

A- вес осадка Si в г. D- навеска бронзы в г.

Если нет электродов Фишера, то после определения олова, проводят определения свинца в том же фильтрате сернокислотным способом.

3. Определение свинца в бронзе сернокислотным методом.

Способ основан на том, что образующийся при действии серной кислоты сернокислый свинец обладает незначительной растворимостью и может быть выделен количественно.

Реактивы:

1. Серная кислота- 30 % -раствор.
2. Серная кислота 1-1,84 г\дм.
3. Спирт этиловый- 96 %.
4. Серная кислота-1 % раствор.
5. Муфельная печь.

Выполнение анализа:

Фильтрат после отделения осадка оловянной кислоты вместе с промывными водами упаривают в фарфоровой чашке на песчаной бане до половины объема. После этого приливают к нему 25 см³ 30 % серной кислоты, выпаривают до появления белых паров 80з, охлаждают и приливают несколько капель концентрированной серной кислоты, 70-80 см³ холодной дистиллированной воды, кипятят и дают охладиться. Осадок отфильтровывают через беззольный фильтр и промывают 1% раствором Б³См (холодным), потом дистиллированной водой. Затем осадок промывают спиртом, собирая фильтрат в отдельную колбу. Осадок на фильтре высушивают в сушильном шкафу и прокаливают без воспламенения. Если в белом осадке будет обнаружен частично восстановленный свинец в виде отдельных капелек металла, то тигель с осадком охлаждают, приливают туда две капли азотной кислоты уд. вес 1,2 г/дм³ и выпаривают на песчаной бане, затем добавляют одну каплю концентрированной серной кислоты, снова выпаривают на песчаной бане до прекращения белых паров 80з. Осадок прокаливают в муфеле при температуре 800°С, взвешивают в виде Pb3O4. Осадок должен быть белого цвета.

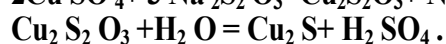
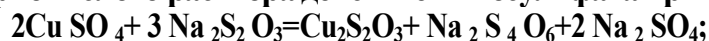
$$\% \text{Pb} = (A \times 68,32) : D$$

A- вес осадка Pb8O4

Д- навеска бронзы
в г.

5. Определение меди осаждением тиосульфатом натрия.

Сущность метода заключается в том, что медь выделяют в виде Cu_2S из сернокислого раствора действием тиосульфата при кипячении:



Осадок полусернистой меди Cu_2S промывают теплой водой и сжигают в фарфоровом тигле. Полученную окись меди растворяют в кислоте, к раствору добавляют смесь Брунса, заканчивают определение титрованием выделившегося йода тиосульфатом Na . По количеству выделившегося йода определяют содержание меди в сплаве.

Растворы:

1. Насыщенный раствор соды - Na_2CO_3 .
2. Крахмал - 1 % раствор.
3. Аммиак - 25 % раствор..
4. Серная кислота - 1:5.
5. Тиосульфат натрия - 10 % раствор..
6. Азотная кислота - 1:1
7. Серная кислота - удельный вес 1,84 г/дм³
8. Смесь Брунса.

Приготовление реактивов и установка титра тиосульфата натрия.

1. Смесь Брунса: 70 г роданистого калия и 20 г йодистого калия растворяют в 1 дм³ воды .
2. Приготовление и установка титра тиосульфата натрия. Тиосульфат Na 0,1 N раствор - 25 г $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 1 дм³ дистиллированной свежeproкипяченной воды. Титр этого раствора устанавливают по меди. Для этого 1 г электролитной меди растворяют в 20 см³ HNO_3 -конц. Раствор выпаривают почти досуха, затем добавляют 3 см³ H_2SO_4 уд вес -1,84 г\ дм³ разбавляют 50 см³ дистиллированной воды. Раствор переносят в мерную колбу на 1 дм³ и доводят до метки дистиллированной водой: 1 см³ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ соответствует 0,001 г меди. Для установки титра раствора тиосульфата Na отбирают пипеткой 15-20 см³ эталонного раствора Cu , прибавляют аммиак до выпадения осадка, потом несколько капель концентрированной HCl до кислой реакции и после этого по каплям насыщенный раствор соды до выпадения основных солей меди. Осадок растворяют в 10 см³ уксусной кислоты и добавив 30 см³ смеси Брунса титруют выделившейся йод тиосульфатом Na в присутствии крахмала:

$$T(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = (A \times 0,001) : B$$

A- количество эталонного раствора.

B- количество $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ затраченного на титрование.

Выполнение анализа.

Фильтрат после удаления свинца в виде Pb_8O_4 собирают в мерную колбу на 250см^3 . Отбирают точно 50см^3 этого раствора, что соответствует навеске $0,1\text{ г}$. Раствор разбавляют водой до 100см^3 , нейтрализуют аммиаком до появления мути и затем еще 20см^3 . До осаждения меди добавляют 50см^3 10% раствора $N_2S_2O_8$ раствор нагревают до кипения и кипятят до прозрачности. Во время кипения раствор накрывают часовым стеклом. Осадок фильтруют и промывают горячей водой до исчезновения реакции на серную кислоту. Промытый осадок сжигают в фарфоровом тигле до образования черного SiO . После

охлаждения его растворяют в 20см^3 $HNCb$ (1:1), добавляют 2см^3 H_2SO_4 уд. вес- $1,84\text{ г/дм}^3$ и выпаривают до появления паров H_2O , колбу охлаждают и приливают 20см^3 дистиллированной воды. После растворения солей в холодный раствор добавляют 20см^3 смеси Брунса. Выделившейся йод оттитровывают $0,1\text{ N}$ раствором $Na_2S_2O_3$ в присутствии крахмала, как индикатора:

$$\%Si = (AxTСixЮО):Д$$

A-кол-во см^3 тиосульфата Na
TСu - титр по меди Д -
навеска в г.

6. Определение железа в бронзе.

Реактивы:

1. Азотная кислота- удельный вес $1,4\text{ г/дм}^3$
2. Аммиак - 25% раствор.
3. Аммиак - 2% раствор.
4. Муфельная печь.

Выполнение анализа.

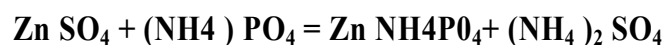
После отделения меди в виде сернистой, раствор нагревают почти до кипения и окисляют находящийся в растворе тиосульфат Na, добавляют 3см^3 концентрированной HNO_3 . Раствор кипятят до полной прозрачности, отфильтровывают комочки серы и фильтр промывают горячей водой. Раствор снова нагревают почти до кипения и приливают 25% аммиак, до появления запаха и затем избыток 10см^3 , кипятят 3-5 мин, дают осадку собраться в хлопья и затем фильтруют через широкопористый фильтр, стакан и осадок на фильтре несколько раз промывают горячим 2% раствором NH_4OH . Осадок с фильтром прокаливают в фарфоровом тигле при 800°C .

$$\%Fe = 139,88 \times Д;$$

Д - вес осадка

7. Определение цинка фосфорнокислым аммонием.

Из нейтрального раствора цинк осаждается фосфорнокислым аммонием в виде фосфорно-аммиачного цинка:



При прокаливании осадок получается в виде пиррофосфорнокислого цинка $\text{Zn}_2 \text{P}_2 \text{O}_7$.

Реактивы: 1. Фосфорнокислый

аммоний- 20 % раствор.

3. Раствор метилрота-0,2 г растворяют в 100 см³ спирта.

4. Муфельная печь.

Выполнение анализа:

Фильтрат после осаждения железа осторожно нейтрализуют аммиаком по метилроту. К раствору приливают фосфорнокислый аммоний из расчета 1 г соли на 0,1 г предполагаемого содержания цинка (в среднем около 20 см³). Выпадает хлопьевидный осадок, при стоянии переходящий в кристаллический. Дают постоять в течении 10 часов. Затем отфильтровывают через плотный фильтр и промывают горячей водой 10-15 раз. Промытый осадок высушивают в фарфоровом тигле, медленно озолотят и прокаливают в муфеле до постоянного веса.

$$\% \text{Zn} = (\text{A} \times 42,89) : \text{D}$$

A - вес осадка

D - навеска в

г.