УДК 669.65'891.018.24:546.41.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БАББИТЫ КАЛЬЦИЕВЫЕ

Метод определения содержания кальция

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

ГОСТ 1219.1—74

Взамен
ГОСТ 1219—60
в части разд. II

МКС 77.120.60
ОКСТУ 1709

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 объемный комплексометрический метод определения содержания кальция (при массовой доле кальция от 0,2 до 1,50 %).

Метод основан на способности иона кальция образовывать в щелочной среде бесцветное внутрикомплексное соединение с трилоном Б.

Для установления конечной точки титрования применяют специальные металлиндикаторы, которые образуют с определяемым ионом окрашенные комплексы, менее прочные, чем соответствующий комплекс этого иона с трилоном Б. В конечной точке титрования (при полном связывании в комплекс титруемого иона с трилоном Б) раствор окрашивается в цвет, присущий свободному индикатору.

Мешающие компоненты сплава удаляют последовательным осаждением сернокислым натрием и сернистым натрием.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.
Натрий сернокислый по ГОСТ 4166—76, 20 %-ный раствор.
Натрий сернистый по ГОСТ 2053—77, 5 %-ный раствор.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 5 %-ный раствор.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.
Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.
Цинк по ГОСТ 3640—94 марки Ц0, 0,025 М раствор; готовят следующим образом: 1,6343 г цинка растворяют в 15 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, переводят в мерную колбу емкостью 1 дм^3 и доливают до метки водой.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (сентябрь 2003 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1979 г., ноябре 1984 г. (ИУС 1—80, 2—85).

gost.e-ecolog.ru

Аммиачный буферный раствор; готовят следующим образом: 20 г хлористого аммония растворяют в воде, добавляют 100 см³ водного аммиака и разбавляют водой до 1 дм³.

Индикатор эриохром черный Т; готовят следующим образом: 0,1 г индикатора тщательно растирают с 10 г хлористого натрия.

Трилон Б (комплексон III, двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—73, титрованный 0,025 М раствор; готовят следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Индикатор мурексид (аммонийная соль пурпуровой кислоты); готовят следующим образом: 0,1 г мурексида тщательно перемешивают с 10 г хлористого натрия.

Индикатор кислотный хром темно-синий, 1 %-ный водный раствор.

Индикаторная метилоранжевая бумага.

Установка титра 0,025 М раствора трилона Б

Титр раствора трилона Б устанавливают по 0,025 М раствору хлористого цинка. Помещают 20 см³ хлористого цинка в коническую колбу, добавляют 100 см³ воды, 15 см³ буферной смеси и 0,05—0,1 г индикатора эрихром черного Т. Полученный фиолетовый раствор титруют раствором трилона Б до перехода окраски в синюю без фиолетового оттенка.

Титр раствора трилона Б (T), выраженный в г/см³ кальция, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0{,}001\ v}{v_1},$$

где 0,001 — объем кальция, соответствующий 1 см³ 0,025 М раствора трилона;

v — объем 0,025 М раствора цинка, см³;

v_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. При титровании с индикатором мурексидом (для баббитов марок БКА и БК2)

3.1.1. Навеску баббита 2 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, растворяют в 15 см³ азотной кислоты при медленном нагревании и кипятят до удаления окислов азота.

Растворяют соли в 30—40 см³ воды и добавляют 20 см³ раствора сернокислого натрия. Осадку дают отстояться 20 мин, после чего его отфильтровывают на двойной беззольный фильтр средней плотности, на который помещено небольшое количество бумажной массы, изготовленной из беззольного фильтра. Осадок промывают в колбе и на фильтре 3—4 раза холодной водой и отбрасывают.

К фильтрату по каплям приливают раствор сернистого натрия до прекращения выпадения осадка сернистых соединений (реакция среды должна оставаться кислой, в противном случае раствор надо подкислить небольшим количеством соляной кислоты, разбавленной 1:1). Осадку дают отстояться в течение 10—15 мин, после чего отфильтровывают на беззольный фильтр средней плотности, на который помещено небольшое количество бумажной массы. Колбу, в которой проводилось осаждение, и фильтр с осадком промывают 3—4 раза холодной прокипяченной водой.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1.2. Фильтрат и промывные воды собирают в коническую колбу вместимостью 500 см³. Фильтрат нагревают до кипения, которое поддерживают в течение 40 мин, охлаждают, помещают в колбу небольшой кусочек метилоранжевой бумаги и нейтрализуют пробу раствором гидроокиси натрия.

Затем добавляют 5 см³ раствора гидроокиси натрия, 0,05—0,1 г индикатора мурексида (до образования ярко-красного окрашивания раствора) и титруют 0,025 М раствором трилона Б до изменения окраски раствора из красной в фиолетовую, не изменяющуюся от дальнейшего приливания трилона Б.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт на определение содержания кальция в реактивах.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. При титровании с индикатором кислотным хром темно-синим (для баббита марки БКА)

Растворение навески баббита и дальнейшие операции производят, как указано в п. 3.1.1. Затем фильтрат и промывные воды собирают в коническую колбу вместимостью 500 см³, нагревают до кипения, которое поддерживают в течение 10 мин, охлаждают, помещают в колбу небольшой

кусочек метилоранжевой бумаги, нейтрализуют 25 %-ным водным раствором аммиака и приливают 10 см³ аммиака в избыток. Прибавляют несколько капель раствора индикатора кислотного хром темно-синего и титруют 0,025 М раствором трилона Б до изменения окраски раствора из красной с фиолетовым оттенком до чисто-синей.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт на определение содержания кальция в реактивах.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

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

$$X = \frac{T(v - v_1)\,100}{m},$$

где T — титр раствора трилона Б, выраженный в г/см³ кальция;

v — количество раствора трилона Б, израсходованное на титрование раствора пробы, см³;

v_1 — количество раствора трилона Б, израсходованное на титрование контрольного опыта, см³;

m — навеска баббита, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать 0,03 % при массовой доле кальция от 0,2 до 0,6 %; 0,05 % — при массовой доле кальция свыше 0,6 до 1,5 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru