УДК 669.65'891.018.24:546.46.06:006.354 Группа В59

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 магния

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

ГОСТ 1219.4—74

Взамен
ГОСТ 1219—60
в части разд. V

МКС 77.160.20
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 магния (при массовой доле магния от 0,01 до 0,2 %).

Метод основан на способности иона магния образовывать в щелочной среде внутрикомплексное соединение с трилоном Б. Для установления конечной точки титрования применяют соответствующие металлиндикаторы, которые образуют с определяемым ионом окрашенные комплексы, менее прочные, чем 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, диэтилдитиокарбаматом натрия и щавелевокислым аммонием.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:4.
Натрий сернокислый по ГОСТ 4166—76, 20 %-ный раствор.
Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864—71, 10 %-ный раствор.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25 %-ный раствор.
Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, 4 %-ный раствор.
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.
Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.
Индикатор эриохром черный Т; готовят следующим образом: 0,1 г индикатора тщательно растирают с 10 г хлористого натрия.

Буферный раствор; готовят следующим образом: 20 г хлористого аммония растворяют в воде, добавляют 100 см^3 водного аммиака и разбавляют до 1 дм^3 водой.

Цинк по ГОСТ 3640—94 марки Ц0, 0,02 М раствор; готовят следующим образом: вначале готовят 0,1 М раствор цинка, для чего навеску цинка 6,538 г растворяют в 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, помещают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят водой до

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

метки. Точно отмеренные 200 см^3 0,1 М раствора цинка помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят водой до метки.

Трилон Б (двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—73, 0,02 М раствор; готовят следующим образом: 8 г трилона Б растворяют в воде и доводят объем до 1 дм^3.

Установка титра 0,02 М раствора трилона Б

Титр раствора трилона Б устанавливают по 0,02 М раствору хлористого цинка. Помещают 20 см^3 водного раствора хлористого цинка в коническую колбу, добавляют 100 см^3 воды, 15 см^3 буферной смеси и 0,05—0,1 г индикатора эриохрома черного Т. Полученный фиолетовый раствор титруют раствором трилона Б до перехода окраски в синюю без фиолетового оттенка.

Титр трилона Б (T), выраженный в г/см^3 магния, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0{,}000486 \cdot v}{v_1},$$

где 0,000486 — количество магния, соответствующее 1 см^3 0,02 М раствора трилона, г/см^3;

v — количество 0,02 М раствора цинка, см^3;

v_1 — количество раствора трилона Б, израсходованное на титрование, см^3.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску баббита 5 г, взятую с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в 30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:4, при нагревании. На время растворения стакан накрывают часовым стеклом. После растворения сплава к пробе приливают 40 см^3 теплой воды и 20 см^3 сернокислого натрия при постоянном перемешивании. Дают осадку отстояться 10 мин и фильтруют через двойной фильтр средней плотности. Осадок промывают в стакане и на фильтре 3 раза холодной водой и отбрасывают. К фильтрату добавляют 50 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия. Выпавшему осадку дают отстояться 10—15 мин, после чего отфильтровывают его на тройной неплотный фильтр, на который помещено небольшое количество бумажной массы, приготовленной из беззольного фильтра. Осадок промывают в колбе и на фильтре 3 раза водой и отбрасывают. К фильтрату приливают 50 см^3 раствора щавелевокислого аммония и нагревают до кипения, которое поддерживают 10 мин. После этого раствору дают отстояться в течение 1 ч, затем фильтруют его через фильтр средней плотности, на который помещено небольшое количество бумажной массы.

Фильтрат и промывные воды собирают в коническую колбу вместимостью 500 см^3. Промывают колбу и фильтр 3—4 раза холодной водой (прокипяченной). К фильтрату добавляют 100 см^3 воды, 20 см^3 буферного раствора, 20 см^3 аммиака и 0,05—0,1 г индикатора эриохрома черного Т, после чего титруют 0,02 М раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски в синюю. Титрование ведут сразу же после добавления индикатора, чтобы избежать его частичного разложения.

Параллельно с анализом пробы ведут контрольный опыт на все реактивы, применяемые для определения содержания магния.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

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

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

где T — титр 0,02 М раствора трилона Б, выраженный в г/см^3 магния;

v — количество 0,02 М раствора трилона Б, израсходованное на титрование раствора пробы, см^3;

v_1 — количество 0,02 М раствора трилона Б, израсходованное на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

m — навеска баббита, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать 0,0015 % при массовой доле магния от 0,01 до 0,03 % и 0,003 % при массовой доле магния свыше 0,03 до 0,07 %, 0,005 % при массовой доле магния от 0,07 до 0,2 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

gost.e-ecolog.ru