УДК 669.65'891.018.24:546.621.06:006.354 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 алюминия

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

ГОСТ 1219.3—74

Взамен ГОСТ 1219—60 в части разд. IV

МКС 77.160.20

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 комплексонометрический метод определения содержания алюминия (при массовой доле алюминия от 0,05 до 0,25 %) и фотоколориметрический метод (при массовой доле алюминия от 0,01 до 0,05 %).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

А. Объемный комплексонометрический метод определения алюминия

Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения алюминия и других примесей с трилоном Б, последний дается с избытком. При помощи буферного раствора создают pH 5,5—6,0 и избыток трилона титруют раствором хлористого цинка в присутствии индикатора ксиленового оранжевого. Затем алюминий вытесняется из комплексного соединения фторидом натрия и освободившееся количество трилона Б, эквивалентное содержанию алюминия, титруют раствором хлористого цинка. Мешающие компоненты удаляют осаждением сернокислым аммонием.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:4.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78, 12,8 %-ный раствор.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, 4 %-ный насыщенный раствор.

Трилон Б (двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—73, 0,05 М раствор.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360—87, 1 %-ный раствор (спиртовой).

Индикатор ксиленоловый оранжевый; готовят следующим образом:

0,1 г индикатора тщательно растирают с 10 г хлористого натрия.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

gost.e-ecolog.ru

Буферный раствор; готовят следующим образом: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1 дм^3 воды и добавляют 20 см^3 уксусной кислоты.

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

0,02 М раствор цинка; готовят следующим образом: точно отмеренные 200 см^3 0,1 М раствора цинка помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят водой до метки.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску баббита 5 г, взятую с погрешностью не более 0,001 г, растворяют при нагревании в 30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:4. На время растворения стакан накрывают часовым стеклом. После растворения сплава к пробе добавляют 40 см^3 теплой воды и при постоянном перемешивании 25 см^3 раствора сернокислого аммония, отмеренного мерным цилиндром. Дают осадку отстояться 10 мин, после чего фильтруют через фильтр средней плотности. Осадок промывают в стакане и на фильтре 3 раза холодной водой и отбрасывают. Фильтрат и промывные воды собирают в коническую колбу вместимостью 750 см^3, добавляют 20 см^3 0,05 М раствора трилона Б, отмеренного пипеткой, и кипятят 2 мин. Охлаждают раствор до температуры 30—40 °С, добавляют 2—3 капли фенолфталеина и аммиака, разбавленного 1:1, до появления розовой окраски. Затем добавляют по каплям соляную кислоту, разбавленную 1:4, до исчезновения окраски и 20 см^3 буферного раствора. Нагревают раствор до кипения. К горячему раствору приливают 100 см^3 холодной воды и охлаждают пробу до комнатной температуры. Вводят 0,05—0,1 г индикатора ксиленового оранжевого и оттитровывают избыток трилона Б 0,02 М раствором хлористого цинка до изменения цвета раствора из желтого в розовый. К раствору прибавляют 30 см^3 насыщенного раствора фтористого натрия и нагревают до кипения (окраска снова становится желтой), кипятят 2—3 мин, быстро охлаждают раствор в проточной воде до комнатной температуры и освободившийся трилон Б титруют 0,02 М раствором хлористого цинка до появления розовой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

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

$$X = \frac{T \cdot v \cdot 100}{m},$$

где T — титр 0,02 М раствора цинка, выраженный в г/см^3 алюминия. Берут теоретический титр, равный 0,0005394 г/см^3 алюминия;

v — количество 0,02 М раствора цинка, израсходованное при втором титровании, см^3;

m — навеска баббита, г.

4.2. Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать 0,001 абс. % при массовой доле алюминия от 0,05 до 0,1 % и 0,01 % — при массовой доле алюминия от 0,1 до 0,25 %.

Б. Фотоколориметрический метод определения алюминия

Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в красно-фиолетовый цвет комплексного соединения алюминия с индикатором арсеназо 1 при pH 4,7—5,1. Влияние примесей устраняется прибавлением аскорбиновой кислоты. Основные компоненты сплава отделяются от алюминия осаждением сернокислым натрием.

5. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-М или другие приборы подобного типа, обеспечивающие такую же точность измерения.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 1:10.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166—76, 20 %-ный раствор.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328—77, 10 %-ный раствор.

Аскорбиновая кислота, 5 %-ный раствор.

Уротропин, 25 %-ный раствор.

Метиловый красный, 0,001 %-ный раствор.

Арсеназо 1, 0,001 М раствор: 0,6 г индикатора арсеназо 1 растворяют в 1 $дм^3$ дистиллированной воды. Если раствор получился мутным, его отфильтровывают.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 0,5 г алюминия марок А-999, А-995, А-97 или А-95 по ГОСТ 11069—2001 помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, приливают 20 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при слабом нагревании. Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,5 мг алюминия.

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,005 мг алюминия.

6. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1. Навеску баббита массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 15 $см^3$ азотной кислоты (1:1) при слабом нагревании до полного разложения сплава и удаления окислов азота.

Раствор охлаждают, приливают 30 $см^3$ воды и 20 $см^3$ раствора сернокислого натрия. Содержимое стакана перемешивают стеклянной палочкой, осадку дают отстояться в течение 30—40 мин. Осадок отфильтровывают на плотный фильтр «синяя лента» с небольшим количеством бумажной массы, изготовленной из беззольного фильтра. Раствор собирают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Осадок промывают в стакане и на фильтре 3—4 раза холодной водой, доводят колбу до метки водой и тщательно перемешивают.

Аликвотную часть раствора 10 $см^3$ при массовой доле алюминия от 0,005 % до 0,03 % и 5 $см^3$ при массовой доле алюминия свыше 0,03 % переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. К раствору прибавляют 2—3 капли 0,001 %-ного раствора метилового красного и нейтрализуют по каплям 10 %-ным раствором гидроокиси натрия до появления желтой окраски. Затем по каплям прибавляют к раствору разбавленную 1:10 соляную кислоту до розовой окраски. В целях более точного установления pH испытуемого раствора операцию нейтрализации проводят еще раз, следя за изменением окраски индикатора от одной капли щелочи и кислоты. В раствор вводят 1—2 капли 5 %-ного раствора аскорбиновой кислоты, приливают пипеткой 6 $см^3$ водного 0,001 М раствора арсеназо 1, 8—10 капель 25 %-ного раствора уротропина и перемешивают. Доводят содержимое колбы водой до метки и тщательно перемешивают. Через 10—15 мин раствор фотометрируют в кюветах длиной 20 $см^3$ с оранжевым светофильтром при λ = 595 нм. Через все стадии анализа проводят контрольный опыт со всеми реактивами, раствор контрольного опыта служит в качестве раствора сравнения.

6.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ вводят последовательно 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 10,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,05 мг алюминия. Объем раствора во всех колбах доводят водой до 15 $см^3$ и перемешивают. Далее анализ проводят, как указано в п. 6.1.

По данным измерения оптической плотности растворов строят градуировочный график.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Массовую долю алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1 \cdot 1000},$$

где m — количество алюминия, найденное по градуировочному графику, мг;

m_1 — масса навески баббита, соответствующая аликвотной части раствора, г;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов в граммы.

7.2. Абсолютные допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать 0,001 % при массовой доле алюминия от 0,01 до 0,02 % и 0,002 % — при массовой доле алюминия свыше 0,02 до 0,05 %.

Разд. Б. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru