

БАББИТЫ КАЛЬЦИЕВЫЕ

Метод определения содержания магния

ГОСТ

1219.4-74*

Lead-calcium bearing alloys.

Method for determination of magnesium content

Взамен
ГОСТ 1219-60
в части разд. V

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 *БС в части 01/92*

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 серноокислым 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.

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).

Натрий серноокислый 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 см³ водного аммиака и разбавляют до 1 дм³ водой.

Цинк по ГОСТ 3640—79 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 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, помещают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят водой до метки. Точно отмеренные 200 см³ 0,1 М раствора цинка помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят водой до метки.

Трилон Б (двунариевая 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 дм³.

Установка титра 0,02 М раствора трилона Б

Титр раствора трилона Б устанавливают по 0,02 М раствору хлористого цинка. Помещают 20 см³ водного раствора хлористого цинка в коническую колбу, добавляют 100 см³ воды, 15 см³ 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/см³ магния, вычисляют по формуле

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

где 0,000486 — количество магния, соответствующее 1 см³ 0,02 М раствора трилона, г/см³;

v — количество 0,02 М раствора цинка, см³;

v_1 — количество раствора трилона Б, израсходованное на титрование, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску баббита 5 г, взятую с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:4, при нагревании. На время растворения стакан накрывают часовым

стеклом. После растворения сплава к пробе приливают 40 см³ теплой воды и 20 см³ сернистого 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 см³ 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 см³ 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 см³. Промывают колбу и фильтр 3—4 раза холодной водой (прокипяченной). К фильтрату добавляют 100 см³ воды, 20 см³ буферного раствора, 20 см³ 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

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

где T — титр 0,02 М раствора трилона Б, выраженный в г/см³ магния;

v — количество 0,02 М раствора трилона Б, израсходованное на титрование раствора пробы, см³;

v_1 — количество 0,02 М раствора трилона Б, израсходованное на титрование раствора контрольного опыта, см³;

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).