

## 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 металлииндикаторы, 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<sup>3</sup> водного аммиака и разбавляют до 1 дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, помещают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят водой до

## C. 2 ГОСТ 1219.4—74

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

Трилон Б (двунаatriевая 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<sup>3</sup>.

Установка титра 0,02 М раствора трилона Б

Титр раствора трилона Б устанавливают по 0,02 М раствору хлористого цинка. Помещают 20 см<sup>3</sup> водного раствора хлористого цинка в коническую колбу, добавляют 100 см<sup>3</sup> воды, 15 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> магния, вычисляют по формуле

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

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

$v$  — количество 0,02 М раствора цинка, см<sup>3</sup>;

$v_1$  — количество раствора трилона Б, израсходованное на титрование, см<sup>3</sup>.

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску баббита 5 г, взятую с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:4, при нагревании. На время растворения стакан накрывают часовым стеклом. После растворения сплава к пробе приливают 40 см<sup>3</sup> теплой воды и 20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>. Промывают колбу и фильтр 3—4 раза холодной водой (прокипяченной). К фильтрату добавляют 100 см<sup>3</sup> воды, 20 см<sup>3</sup> буферного раствора, 20 см<sup>3</sup> амиака 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 реагенты, применяемые для определения содержания магния.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

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

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

где  $T$  — титр 0,02 М раствора трилона Б, выраженный в г/см<sup>3</sup> магния;

$v$  — количество 0,02 М раствора трилона Б, израсходованное на титрование пробы, см<sup>3</sup>;

$v_1$  — количество 0,02 М раствора трилона Б, израсходованное на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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, Иэм. № 1, 2).