УДК 669.234.5 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 12561.1—78

СПЛАВЫ ПАЛЛАДИЕВО-СЕРЕБРЯНО-МЕДНЫЕ

Метод определения меди и серебра

Palladium-silver-copper alloys. Method of the determination of copper and silver

Взамен
ГОСТ 12561—67
в части разд. 2, 3, 4

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 марта 1978 г. № 795 срок действия установлен

с 01.07. 1979 г.
до 01.07. 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический метод определения содержания меди (при массовой доле меди от 3,5 до 4,5%) и потенциометрический метод определения содержания серебра (при массовой доле серебра от 35,4 до 36,6%) с применением блока автоматического титрования в палладиево-серебряно-медных сплавах.

Метод основан на титровании меди раствором трилона Б в присутствии мурексида в качестве индикатора с последующим потенциометрическим титрованием серебра в аммиачной среде раствором йодистого калия до заданного значения разности потенциалов. В качестве электрода сравнения при потенциометрическом титровании применяют хлорталлиевый электрод, индикаторным электродом служит серебряная проволока.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22864—77.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы лабораторные рычажные по ГОСТ 19491—74.
pH-метр лабораторный типа pH-340.
Мешалка магнитная ММ-2.
Блок автоматического титрования лабораторный БАТ-12-ЛМ.

Издание официальное Перепечатка воспрещена



©Издательство стандартов, 1978

gost.e-ecolog.ru

Бюретки с автоматической установкой нуля вместимостью 50 мл.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 25 мл.

Стаканы по ГОСТ 10394—74, вместимостью 150 мл.

Серебро марки 999,9 по ГОСТ 6836—72.

Медь марки М00 по ГОСТ 859—77.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

Стандартный раствор меди; готовят следующим образом: 0,5000 г меди растворяют в 20 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора содержит 0,001 г меди.

Мурексид, свежеприготовленный 0,3%-ный раствор; готовят следующим образом: 0,03 г индикатора растворяют при нагревании в 10 мл воды.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Ацетатный буферный раствор с pH 6,0; готовят следующим образом: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 500 мл воды, добавляют 20 мл уксусной кислоты, доводят до 1 л водой и перемешивают.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,05 н. раствор; готовят следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в 500 мл воды при нагревании, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

Установка титра 0,05 н. раствора трилона Б

25 мл стандартного раствора меди помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, разбавляют 25 мл воды, нейтрализуют аммиаком до слабого запаха, вводят 10 мл ацетатного буферного раствора, пять капель раствора мурексида и титруют 0,05 н. раствором трилона Б до перехода зеленого цвета раствора в фиолетовый.

Титр раствора трилона Б (T), выраженный в г/мл меди, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса меди, взятая на титрование, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, 0,06 н. раствор; готовят следующим образом: 9,6 г йодистого калия растворяют в 500 мл

воды, прибавляют 1,06 г углекислого натрия, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

Установка титра 0,06 н. раствора йодистого калия

Навеску серебра массой 0,18—0,20 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в стакан вместимостью 150 мл, растворяют при нагревании в 10 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают до удаления окислов азота, разбавляют водой до 30—50 мл и нейтрализуют аммиаком. Раствор титруют, как указано в п. 4.2.

Титр раствора йодистого калия (T_1), выраженный в г/мл, вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{m}{V},$$

где m — масса серебра, г;

V — объем раствора йодистого калия, израсходованный на титрование, мл.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 150 мл и растворяют при нагревании в 50 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор выпаривают до 10 мл, разбавляют 25 мл воды и нейтрализуют аммиаком до образования комплекса палладия и меди светло-зеленого цвета.

Раствор должен иметь слабый запах аммиака, в случае избытка аммиака добавляют по каплям азотную кислоту, а в случае избытка азотной кислоты добавляют по каплям аммиак.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определение меди

В подготовленный для анализа раствор добавляют 10 мл ацетатного буферного раствора, 4—5 капель раствора мурексида и титруют 0,05 н. раствором трилона Б до перехода зеленого цвета раствора в фиолетовый. После чего в растворе определяют содержание серебра.

4.2. Определение серебра

Включают в сеть питания приборы рН-340, БАТ-12-ЛМ и ММ-2.

После прогрева в течение 30 мин производят проверку и подстройку нуля регулятора прибора БАТ-12-ЛМ, для чего устанавливают переключатель «Род работы» прибора рН-340 в положение

«+МВ», переключатель «Размах» на 1500 мВ, задатчик «Импульсная подача» прибора БАТ-12-ЛМ на значение «0,2» и, вращая ось потенциометра «Уст. нуля», добиваются положения, при котором сигнальная лампочка «Титрование» загорится или начнет мигать. После чего, вращая ось потенциометра «Уст. нуля» в обратном направлении, добиваются положения, при котором сигнальная лампочка «Титрование» полностью погаснет.

Устанавливают на задатчиках прибора БАТ-12-ЛМ: «Заданная точка»— величину «7» и точно «0,3», что соответствует 750 мВ; «Импульсная подача»— зону пропорциональности «2,0»; «Время выдержки»— 10 с.

Присоединяют электроды к прибору рН-340.

Электрод сравнения (хлорталлиевый) присоединяют к клемме «Всп», индикаторный электрод (серебряная проволока)— к клемме «Изм».

В анализируемый раствор после определения меди опускают перемешивающий стержень и устанавливают стакан с раствором на мешалку.

Погружают в раствор электроды и дозирующую трубку, которая должна быть расположена близко к индикаторному электроду, чтобы избежать перетитровывания раствора.

Переключатель магнитной мешалки устанавливают на деление «2», а в конце титрования — на деление «4».

Добавлением аммиака или азотной кислоты в анализируемый раствор устанавливают стрелку прибора рН-340 на 1000 мВ (если стрелка показывает больше 1000 мВ, добавляют аммиак).

Заполняют бюретку 0,06 н. раствором йодистого калия и устанавливают кран в положение, при котором раствор из бюретки будет вытекать.

Устанавливают переключатель «Виды работ» прибора БАТ-12-ЛМ в положение «Титрование вниз», при этом загорается сигнальная лампочка «Титрование» и начинается подача 0,06 н. раствора йодистого калия в стакан.

После окончания титрования загорается сигнальная лампочка «Конец титрования» и прекращается подача 0,06 н. раствора йодистого калия.

Затем устанавливают переключатель магнитной мешалки на нулевое деление, переключатель «Виды работ» прибора БАТ-12-ЛМ в положение «Ручное». Далее вынимают электроды из раствора, подняв держатель электродов в верхнее положение, и обмывают их водой.

Стакан снимают с магнитной мешалки, вынимают из раствора перемешивающий стержень и обмывают его водой.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где V — объем 0,05 н. раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;

T — титр раствора трилона Б по меди, г/мл;

m — масса сплава, г.

5.2. Массовую долю серебра (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot T_1 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем 0,06 н. раствора йодистого калия, израсходованный на титрование, мл;

T_1 — титр раствора йодистого калия по серебру, г/мл;

m — масса сплава, г.

5.3. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами трех параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,15%.

Изменение № 1 ГОСТ 12561.1—78 Сплавы палладиево-серебряно-медные. Метод определения меди и серебра

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.11.88 № 3815

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$, г/мл на $г/см^3$.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 22864—77 на ГОСТ 22864—83.

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «1.2. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и допускаемые расхождения».

Раздел 2. Четырнадцатый абзац. Заменить слова. «0,3 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,3 %»;

восемнадцатый, девятнадцатый абзацы. Заменить значение: 0,05 н. на 0,025 М (3 раза);

девятнадцатый, двадцать третий абзацы. Заменить слова: «Установка титра» на «Определение массовой концентрации»;

двадцатый, двадцать четвертый абзацы. Заменить слова: «Титр» на «Массовую концентрацию», «выраженный» на «выраженную»;

двадцать второй и двадцать третий абзацы. Заменить значение: 0,06 н. на 0,06 М.

(Продолжение см. с. 68)

(Продолжение изменения к ГОСТ 12561.1—78)

Заменить ссылки: ГОСТ 19491—74 на ГОСТ 24104—88, ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82, ГОСТ 6836—72 на ГОСТ 6836—80, ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79; ГОСТ 83—63 на ГОСТ 83—79.

Пункты 5.1, 5.2. Заменить слово: «титр» на «массовая концентрация».

Пункт 5.3 изложить в новой редакции: «5.3. Разность между наибольшим и наименьшим результатами трех параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютного значения допускаемого расхождения $d=0,15$ %.

Разность между двумя результатами анализа одной и той же пробы, полученными в разных лабораториях не должна превышать абсолютного значения допускаемого расхождения $D=0,25$ %».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.4: «5.4. Контроль правильности результатов определения массовой доли меди и серебра проводится воспроизведением их массовой доли в искусственной смеси химического состава, близкого составу анализируемого сплава, проведенной через весь ход анализа.

Результаты анализа проб считаются правильными, если абсолютная разность максимального и минимального значений массовой доли меди и серебра в искусственной смеси не превышает 0,12 %».

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 2 1989 г.)