УДК 669.234.5'22'25 : 543.06 : 006.354

Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ПАЛЛАДИЕВО-СЕРЕБРЯНО-КОБАЛЬТОВЫЕ

Метод определения кобальта и серебра

Palladium-silver-cobalt. Method of the determination of cobalt and silver

ГОСТ 12560.1—78

Взамен
ГОСТ 12560—67
в части разд. 2 и 3

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 марта 1978 г. № 794 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 кобальта (при массовой доле кобальта от 4,5 до 5,5%), потенциометрический метод определения содержания серебра (при массовой доле серебра от 34,4 до 35,6%) с применением блока автоматического титрования в палладиево-серебряно-кобальтовых сплавах.

Метод основан на титровании кобальта 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—72, вместимостью 150 мл.

Серебро марки 999,9 по ГОСТ 6836—72.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

Кобальт марки К0 по ГОСТ 123—78.

Стандартный раствор кобальта; готовят следующим образом: 0,5000 г кобальта растворяют при нагревании 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 кобальта.

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

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, 20%-ный раствор.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, 20%-ный раствор.

Аммонийно-ацетатный буферный раствор; готовят следующим образом: пять объемов 20%-ного раствора уксуснокислого аммония нейтрализуют аммиаком по лакмусу до pH7, смешивают с одним объемом 20%-ного раствора уксуснокислого натрия и на каждые 100 мл этой смеси, прибавляют 3 мл раствора аммиака.

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 кобальта помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, разбавляют 25 мл воды, нейтрализуют аммиаком до слабого запаха, вводят 10 мл аммонийно-ацетатного буферного раствора, пять капель раствора мурексида и титруют 0,05 н. раствором трилона Б до перехода оранжевого цвета раствора в малиновый.

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

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

где m — масса кобальта, 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 до слабого запаха. Раствор титруют, как указано в разд. 4.

Титр раствора йодистого калия (T_1), выраженный в г/мл серебра, 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 кобальта. Раствор должен иметь слабый запах аммиака, в случае избытка аммиака прибавляют по каплям азотную кислоту, а в случае избытка азотной кислоты добавляют по каплям аммиак.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определение кобальта

В подготовленный для анализа раствор добавляют 10 мл аммонийно-ацетатного буферного раствора, 4—5 капель раствора мурексида и титруют 0,05 н. раствором трилона Б до перехода оранжевого цвета раствора в малиновый, 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 нагрева 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 в клемме «ВСП», индикаторный электрод (серебряная проволока) — к клемме «Изм».

В анализируемый раствор после определения кобальта 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 краник 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 кобальта (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 кобальту, г/мл;

m — масса сплава, г.

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

$$X_1 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

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

T — 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 12560.1—78 Сплавы палладиево-серебряно-кобальтовые. Метод определения кобальта и серебра

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.11.88 № 3814

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 %»;

пятнадцатый, шестнадцатый абзацы. Заменить слова: «20 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %»;

семнадцатый абзац. Заменить слова: «20 %-ного раствора» на «раствора с массовой долей 20 %» (2 раза);

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

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

(Продолжение см. с. 66)

(Продолжение изменения к ГОСТ 12560.1—78)

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»;

заменить ссылки: ГОСТ 19491—74 на ГОСТ 24104—88, ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82, ГОСТ 6836—72 на ГОСТ 6836—80, ГОСТ 83—63 на ГОСТ 83—79, ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—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 кобальта 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 массовых долей кобальта и серебра в искусственной смеси не превышает 0,12 %».

(ИУС № 2 1989 г.)

gost.e-ecolog.ru