МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-ИРИДИЕВЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.231.5'232: 543.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-ИРИДИЕВЫЕ

Метод определения иридия

ГОСТ 12559.1—82

Platinum-iridium alloys.
Method for the determination of iridium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.84

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический метод определения иридия с применением блока автоматического титрования в платино-иридиевых сплавах (при массовой доле иридия от 4,0 до 32,0 %).

Метод основан на титровании иридия раствором гидрохинона в солянокислой среде до заданного значения разности потенциалов. Электродную пару образуют платиновый индикаторный электрод и хлорсеребряный электрод сравнения.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22864 со следующим дополнением: числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и нормируемый показатель марочного состава.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

pH-метр лабораторный.

Блок автоматического титрования лабораторный.

Мешалка магнитная.

Электрод платиновый лабораторный ЭПЛ-02.

Бюретка с автоматической установкой нуля вместимостью 25 $см^3$.

Тигли фарфоровые № 4 по ГОСТ 9147.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1: 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Смесь азотной и соляной кислот в соотношении 1 : 3.

Перекись водорода по ГОСТ 177, раствор с массовой долей 3 %.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, 0,1 моль/$дм^3$, раствор: 5,8 г соли растворяют в 50 $см^3$ воды, доливают водой до 1000 $см^3$ и перемешивают.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Иридий марки 99,9 по ГОСТ 13099.

Стандартный раствор иридия: готовят методом электролитического растворения иридия, как

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

указано в п. 3.2. При этом в раствор переходит ~ 0,7 — 0,8 г иридия в 1 ч. Раствор упаривают до 150 см^3, охлаждают и фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см^3.

Массу иридия (X), г/см^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2 - m_3}{500},$$

где m_1 — масса пластин до растворения, г;

m_2 — масса пластин после растворения, г;

m_3 — масса нерастворимого остатка, г.

Гидрохинон по ГОСТ 19627, 0,005 моль/дм^3 раствор: 0,5505 г гидрохинона растворяют в 20 см^3 воды, добавляют 2 см^3 соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в темном месте.

Установка титра 0,005 моль/дм^3 раствора гидрохинона:

5 см^3 стандартного раствора иридия помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты (1 : 1), 5 см^3 перекиси водорода и раствор нагревают на кипящей водяной бане в течение 15 мин для окисления иридия. Раствор охлаждают, приливают 10 см^3 воды и титруют раствором гидрохинона, как указано в разд. 4.

Титр раствора гидрохинона (T) по иридию, выраженный в г/см^3, вычисляют по формуле

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

где m — масса иридия, соответствующая аликвотной части стандартного раствора, г;

V — объем раствора гидрохинона, израсходованный на титрование, см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Метод химического растворения сплава (при массовой доле иридия до 15 %)

Навеску сплава массой 2,5 г растворяют при нагревании в 100 см^3 смеси кислот. Раствор упаривают до 5 см^3 и переводят в солянокислый трехкратным выпариванием с 10 см^3 соляной кислоты (1:1).

3.2. Метод электролитического растворения (при массовой доле иридия от 15 до 32 %)

Проба для анализа должна быть в виде пластин длиной 90 — 100 мм, шириной 35 — 40 мм и толщиной 0,5 — 0,3 мм. Поверхность пластин протирают спиртом, сушат, взвешивают, закрепляют в зажимы, погружают в электролит соляную кислоту (1 : 1) и растворяют электролитическим методом. Растворение производят переменным током при силе тока 50 А в течение 3 ч. При этом в раствор переходит 2,3 — 2,7 г сплава.

Во время растворения необходимо периодически добавлять свежие порции электролита. После растворения ток выключают, пластины отвинчивают, промывают водой, сушат и взвешивают. Разность в массе пластин до и после растворения соответствует массе растворившегося сплава. Раствор сплава упаривают до 50 см^3, охлаждают и фильтруют. Нерастворенный остаток прокаливают в тарированном тигле, восстанавливают в токе водорода и взвешивают. Массу нерастворенного остатка вычитают из массы растворившегося сплава.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Подготовленный к анализу раствор анализируемого сплава переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Из мерной колбы берут пипеткой две аликвотные части по 10 см^3, которые помещают в стаканы вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты (1 : 1), 5 см^3 перекиси водорода и раствор нагревают на кипящей водяной бане в течение 15 мин для окисления иридия. Раствор охлаждают, приливают 20 см^3 раствора хлористого натрия и титруют потенциометрическим методом раствором гидрохинона до заданной разности потенциалов на блоке автоматического титрования равной 500 мВ, при ширине зоны импульсной подачи 200 мВ и времени выдержки 10 с.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где V — объем раствора гидрохинона, израсходованный на титрование, $см^3$;

T — титр раствора гидрохинона по иридию, $г/см^3$,

m — масса сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать 0,20 %, при массовой доле иридия до 10 % и 0,30 % — при массовой доле иридия свыше 10 %.

Абсолютные расхождения средних результатов определений, полученных в двух различных лабораториях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать 0,30 % при массовой доле иридия до 10 % и 0,45 % при массовой доле иридия свыше 10 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3. Контроль правильности результатов определения массовой доли иридия проводится воспроизведением его 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 иридия в искусственной смеси не превышает 0,15 % при массовой доле иридия от 4,5 до 10,0 % и 0,28 % при массовой доле иридия свыше 10,0 %.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1.РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А.А. Куранов, Н.И. Тимофеев, Г.С. Хаяк, Н.С. Степанова, Н.Д. Сергиенко, Л.А. Гнитько, Т.И.Беляева, Е.Е. Сафонова

2.УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.09.82 № 3828

3.ВЗАМЕН ГОСТ 12559—67 в части разд. 2.

4.ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 177—77	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 4233—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 5962—67	Разд. 2
ГОСТ 9147—80	Разд. 2
ГОСТ 13099—67	Разд. 2
ГОСТ 19627—74	Разд. 2
ГОСТ 22864—83	1.1

5.Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)

6.ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1988 г. (ИУС 10—88)

gost.e-ecolog.ru