

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ПАЛЛАДИЕВО-СЕРЕБРЯНЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 12558.1—78, ГОСТ 12558.2—78

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Свердловским заводом по обработке цветных металлов

Гл. инженер **А. А. Куранов**
Руководители работы: **Г. С. Хаяк, В. Т. Левиан, В. Д. Пономарева**
Исполнитель **Р. М. Богданова**

ВНЕСЕНЫ Министерством цветной металлургии СССР

Член Коллегии **А. П. Снурников**

ПОДГОТОВЛЕНЫ К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор **А. В. Гличев**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 марта 1978 г. № 793

УДК 669.234.5'22 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ПАЛЛАДИЕВО-СЕРЕБРЯНЫЕ

Метод определения серебра

Palladium-silver alloys. Method of the determination of silver

ГОСТ 12558.1—78

Взамен ГОСТ 12558—67 в части разд. 2

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 марта 1978 г. № 793 срок действия установлен

с 01.07. 1979 г.

до 01.07. 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический метод определения содержания серебра (при массовой доле серебра от 15 до 85,0%) с применением блока автоматического титрования в палладиево-серебряных сплавах.

Метод основан на потенциометрическом титровании иона серебра в аммиачной среде раствором йодистого калия до заданного значения разности потенциалов. В качестве электрода сравнения 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.

Стаканы вместимостью 150 мл по ГОСТ 10394—72.

Бюретки с автоматической установкой нуля вместимостью 50 мл.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

Серебро марки 999,9 по ГОСТ 6836—72.

pH-метр лабораторный типа pH-340.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

©Издательство стандартов, 1978

Мешалка магнитная ММ-2.

Блок автоматического титрования лабораторный БАТ-12-ЛМ.

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 безводного углекислого натрия по ГОСТ 83—63, доводят объем до 1 л 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, нейтрализуют аммиаком до слабого запаха и охлаждают. Раствор титруют, как указано в разд. 4.

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

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

где m — масса серебра, г;

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

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Химический метод растворения сплавов с массовой долей палладия не более 60%

Проба должна быть в виде ленты или стружки.

Навеску сплава (см. таблицу) помещают в колбу вместимостью 250 мл и растворяют в 50 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1.

Массовая доля палладия, %	Масса сплава, г
От 15 до 45	0,25
Св. 45 „ 60	0,5
„ 60	1,0

После растворения раствор выпаривают до 10 мл, разбавляют 25 мл воды, нейтрализуют аммиаком до образования бесцветного комплекса палладия и охлаждают.

3.2. Электролитический метод растворения сплавов с массовой долей палладия не более 60%

Проба должна быть в виде двух пластин длиной 100 мл, шириной 35 мл, толщиной 0,2—0,3 мм.

Для удаления загрязнений пластины протирают фильтровальной бумагой, смоченной спиртом. При наличии на поверхности пластин цветов побежалости пластины восстанавливают водородом.

Пластины взвешивают, закрепляют в зажимы и погружают в азотную кислоту, разбавленную 1 : 1. Растворение ведут переменным током при напряжении 12—15 В, плотности тока 0,65 А/см². Время растворения 2 ч. Для сохранения первоначального объема (300 мл) в стакан время от времени добавляют свежую порцию азотной кислоты.

После растворения ток выключают, пластины отвинчивают, хорошо обмывают дистиллированной водой, просушивают, восстанавливают водородом и взвешивают.

Разность в массе пластин до и после растворения составляет массу растворившегося сплава.

Полученный раствор выпаривают до 150 мл, охлаждают и фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 мл. Фильтр с осадком помещают в тарированный тигель, прокаливают при 800°С, восстанавливают водородом и взвешивают. Массу нерастворившегося осадка вычитают из массы сплава.

Раствор доводят до метки водой, хорошо перемешивают и берут три аликвотные части, соответствующие массе сплава 0,5 г, которые помещают в колбы вместимостью по 250 мл. В аликвотные части добавляют по 20 мл воды, нейтрализуют аммиаком до образования бесцветного комплекса палладия и охлаждают.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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», 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 приборе БАТ-12-ЛМ задатчик «Заданная точка» на величину «7» и точно «0,3», что соответствует 730 мВ, задатчик «Время выдержки» на 10 с и задатчик «Импульсная подача» на зону пропорциональности «2,0».

Присоединяют электроды к прибору рН-340. Электрод сравнения (хлорталлиевый) присоединяют к клемме «Всп», индикаторный электрод (серебряная проволока) — к клемме «Изм».

В раствор анализируемого сплава, подготовленный для анализа, 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. После чего устанавливают переключатель магнитной мешалки на нулевое деление, переключатель «Виды работ» прибора БАТ-12-ЛМ в положение «Ручное», 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 серебра (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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.

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

Изменение № 1 ГОСТ 12558.1—78 Сплавы палладиево-серебряные. Метод определения серебра

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.11.88 № 3812

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$ (разд. 2, пп. 3.1, 3.2, 5.1); г/мл на г/$см^3$ (разд. 2, пп. 3.1, 5.1).

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. Десятый абзац. Заменить слова и значение: «0,06 н. раствор» на «раствор концентрации 0,06 моль/$дм^3$»; 1 л на 1000 $см^3$;

одиннадцатый абзац изложить в новой редакции: *«Определение массовой концентрации раствора йодистого калия 0,06 моль/$дм^3$»;*

тринадцатый абзац. Заменить слова: «Титр» на «Массовая концентрация», «выраженный» на «выраженная»;

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

Раздел 4. Девятый абзац. Заменить слова: «0,06 н. раствором» на «раствором концентрации 0,06 моль/$дм^3$»;

десятый, одиннадцатый абзацы. Заменить слова: «0,06 н. раствора» на «раствора концентрации 0,06 моль/$дм^3$».

Пункт 5.1. Заменить слова: «титр» на «массовая концентрация», «0,06 н. раствора» на «раствора концентрации 0,06 моль/$дм^3$».

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5.2. Разность между наибольшим и наименьшим результатами трех параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютного значения допускаемого расхождения $d=0,15$ % при массовой доле серебра от 15 до 40 % и $d=0,25$ % при массовой доле серебра свыше 40 %.

Разность между двумя результатами анализа одной и той же пробы, полученными в разных лабораториях, не должна превышать абсолютного значения допускаемого расхождения $D=0,20$ % при массовой доле серебра от 15 до 40 % и $D=0,30$ % при массовой доле серебра свыше 40 %».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.3: «5.3. Контроль правильности результатов определения массовой доли серебра 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 серебра в искусственной смеси не превышает 0,12 % при массовой доле серебра от 15 до 40 % и 0,20 % при массовой доле серебра свыше 40 %».

(ИУС № 2 1989 г.)

gost.e-ecolog.ru