

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-НИКЕЛЕВЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 12552.1–77, ГОСТ 12552.2–77

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Свердловским заводом по обработке цветных металлов

Директор **С. Г. Гущин**
Руководители работы: **В. Г. Левиан, В. Д. Пономарева**
Исполнители: **М. П. Юфа, Н. С. Степанова, Н. И. Ченцова, Р. М. Богданова**

ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

Зам министра **В. С. Устинов**

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

Директор **А. В. Гличев**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27 декабря 1977 г. № 3069

УДК 669.231.5'24 : 546.74.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-НИКЕЛЕВЫЕ

Метод определения никеля

Platinum-nickel alloys. Method for the determination of nickel

ГОСТ 12552.1—77

Взамен ГОСТ 12552—67 в части разд. 2

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27 декабря 1977 г. № 3069 срок действия установлен

с 01.01. 1979 г.
до 01.01. 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения никеля (при массовой доле никеля от 4,0 до 30%).

Метод основан на связывании никеля в комплексное соединение двузамещенной натриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) при pH 5 и титровании избытка трилона Б раствором уксуснокислого цинка с индикатором ксиленоловым оранжевым.

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.

Колбы конические вместимостью 250 мл по ГОСТ 10394—72.

Колбы мерные вместимостью 250 мл по ГОСТ 1770—74.

Бюретка с автоматической установкой нуля вместимостью 50 мл.

Пипетки вместимостью 10, 20, 25 и 50 мл по ГОСТ 20292—74.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь кислот, состоящая из одного объема азотной кислоты и трех объемов соляной кислоты.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1978

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,15 н. раствор; готовят следующим образом: 27,9 г соли растворяют при нагревании в 500 мл воды и доводят объем до 1 л водой.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823—69, 0,1 н. раствор; готовят следующим образом: 9,15 г соли растворяют в 500 мл воды и доводят объем до 1 л водой.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—68, 50%-ный раствор.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор, 0,2%-ный водный раствор.

Никель по ГОСТ 849—70.

Стандартный раствор никеля; готовят следующим образом: 0,5000 г никеля растворяют при нагревании в 30 мл разбавленной 1 : 1 азотной кислоты, выпаривают до объема 5—10 мл и двукратным выпариванием с 10 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, переводят в солянокислый, доводят объем в мерной колбе вместимостью 500 мл до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора содержит 0,001 г никеля.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Две навески сплава (в виде ленты или стружки) массой по 2,5 г помещают в конические колбы вместимостью по 250 мл и растворяют при нагревании в 40 мл смеси кислот. Раствор выпаривают до сиропообразного состояния, переводят в солянокислый путем двукратного выпаривания с 10 мл разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и приливают 25 мл воды.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Установка соотношения трилона Б с уксуснокислым цинком

Пипеткой или бюреткой берут 10 мл 0,15 н. раствора трилона Б, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 20 мл воды, 5 мл 50%-ного раствора уксуснокислого натрия, 10 капель 0,2%-ного раствора индикатора ксиленолового оранжевого и титруют 0,1 н. раствором уксуснокислого цинка до изменения окраски раствора из желтой в малиновую.

Параллельно проводят три определения.

Соотношение (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{v}{v_1},$$

где v — количество 0,15 н. раствора трилона Б, мл;

v_1 — количество 0,1 н. раствора уксуснокислого цинка, мл.

4.2. Определение титра 0,15 н. раствора трилона Б по никелю

20 мл стандартного раствора никеля помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают пипеткой или бюреткой 20 мл 0,15 н. раствора трилона Б, 10 мл 50%-ного раствора уксуснокислого натрия, шесть капель индикатора ксиленолового оранжевого и титруют 0,1 н. раствором уксуснокислого цинка до изменения окраски из грязно-зеленой в малиновую.

Титр (T), выраженный в г/л никеля, вычисляют по формуле

$$T=\frac{m}{v-v_1\cdot K},$$

где m — масса никеля, содержащаяся в 20 мл стандартного раствора, г;

v — количество 0,15 н. раствора трилона Б, мл;

v_1 — количество 0,1 н. раствора уксуснокислого цинка, израсходованное на титрование, мл;

K — соотношение трилона Б с уксуснокислым цинком.

4.3. Определение никеля

Подготовленный к анализу солянокислый раствор анализируемого сплава переводят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Из мерной колбы берут пипеткой две аликвотные части по 50 мл, которые помещают в конические колбы вместимостью по 250 мл. Затем в анализируемый раствор переливают пипеткой или бюреткой 25 мл 0,15 н. раствора трилона Б, 20 мл воды и 20 мл 50%-ного раствора уксуснокислого натрия для создания pH 5.

Избыток трилона Б оттитровывают 0,1 н. раствором уксуснокислого цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого (5—6 капель) до изменения окраски раствора из грязно-зеленой в малиновую.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X=\left[\frac{(v-v_1\cdot K)\cdot T\cdot 100}{m}\right]-C,$$

где v — количество 0,15 н. раствора трилона Б, добавляемое для образования комплекса никеля, мл;

v_1 — количество 0,1 н. раствора уксуснокислого цинка, израсходованное на титрование избытка трилона Б, мл;

K — соотношение трилона Б с уксуснокислым цинком;

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

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

C — содержание палладия в сплаве, определяемое спектральным методом, %.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,20%.

Изменение № 1 ГОСТ 12552.1—77 Сплавы платино-никелевые. Метод определения никеля

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.06.88 № 1825

Дата введения 01.01.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы и значение: мл на $см^3$, г/мл на г/$см^3$, 1 л на 1000 $см^3$.

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 нормируемый показатель марочного состава».

Раздел 2 Девятый абзац Заменить значение: 0,15 н. на 0,075 М;

десятый абзац Заменить значение: 0,1 н. на 0,1 М;

одиннадцатый абзац Заменить слова: «50%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 50 %»;

двенадцатый абзац Заменить слова: «0,2%-ный водный раствор» на «раствор с массовой долей 0,20»;

заменить ссылки: ГОСТ 19491—74 на ГОСТ 24104—80, ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82, ГОСТ 5823—69 на ГОСТ 5823—78, ГОСТ 199—68 на ГОСТ 199—78.

(Продолжение см. с 82)

Разделы 4, 5. По всему тексту исключить значения: 0,1 н. (6 раз); 0,15 н. (7 раз); 5%-ного (3 раза); 0,2 %-ного.

Пункт 4.1. Формула. Экспликация. Заменить слово: «количество» на «объем» (2 раза).

Пункт 5.1. Формула. Экспликация. Заменить слова: «количество» на «объем» (2 раза); «содержание» на «массовая доля».

Пункт 5.2 после слов «параллельных определений» дополнить словами: «(d — показатель сходимости)»,

дополнить абзацем: «Абсолютные допускаемые расхождения средних результатов определений, полученных в двух различных лабораториях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать 0,30 %»

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.3: «5.3. Контроль правильности результатов анализа

Контроль правильности результатов определения массовой доли никеля 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 [illegible]ного и минимального значений массовой доли никеля в искусственной смеси не превышает 0,06 % при массовой доле никеля от 4,0 до 5,0 % и 0,17 % — при массовой доле никеля от 20 до 30 %».

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 9 1988 г.)