

ГОСТ 12555.1—83,
ГОСТ 12555.2—83

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

СПЛАВЫ СЕРЕБРЯНО-ПЛАТИНОВЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 8—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

СПЛАВЫ СЕРЕБРЯНО-ПЛАТИНОВЫЕ

Метод определения серебра

Silver-platinum alloys.
Method for the determination of silver

ГОСТ
12555.1—83

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.84

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический метод определения серебра (при массовой доле от 30,0 до 97,0 %) в серебряно-платиновых сплавах.

Метод основан на потенциометрическом титровании иона серебра раствором хлористого натрия до заданного значения разности потенциалов с применением блока автоматического титрования. Индикаторным электродом служит серебряная проволока. В качестве электрода сравнения применяют хлорсеребряный электрод, заполненный насыщенным раствором азотнокислого калия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и допускаемые расхождения.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы лабораторные общего назначения образцовые по ГОСТ 24104.

pH-метр милливольтметр лабораторный типа pH-121.

Блок автоматического титрования лабораторный БАТ-15.

Электрод индикаторный — проволока из серебра Sp 999,9 по ГОСТ 6836.

Электрод сравнения АВЛ-1МЗ.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 1000 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336, вместимостью 150 см³.

Бюретка с автоматической установкой нуля по ГОСТ 29251, вместимостью 50 см³.

Серебро марки 999,9 по ГОСТ 6836.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, насыщенный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор концентрации 0,1 моль/дм³; готовят из фиксанала 0,1 г · экв/дм³ или 5,85 г хлористого натрия растворяют в воде и доводят объем до 1000 см³.

Определение массовой концентрации раствора концентрации 0,1 моль/дм³ хлористого натрия по серебру:

навеску серебра массой 0,40 — 0,45 г (берут три параллельные навески), взвешенную с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в стакан вместимостью 150 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1:1). Раствор нагревают до удаления окислов азота и разбавляют дистиллированной водой примерно до 50 см³. По охлаждении раствор серебра титруют раствором концентрации 0,1 моль/дм³ натрия хлористого, как указано в разд. 4.

Массовую концентрацию раствора хлористого натрия по серебру (T), выраженную в г/см³, вычисляют по формуле

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

где m — масса навески серебра, г;

V — объем хлористого натрия, израсходованный на титрование, см³.

Массовую концентрацию раствора хлористого натрия определяют перед началом анализа. Срок годности раствора хлористого натрия 2 — 3 мес.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 150 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1:1) в течение 30 мин. По окончании растворения раствор нагревают до удаления окислов азота и разбавляют дистиллированной водой примерно до 50 см³.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Включают в сеть питания приборы рН-121 и БАТ-15. После прогрева в течение 30 мин устанавливают переключатели приборов в положения:

| рН-121 | БАТ-15 |
|---|----------------------------------|
| «Размах» от минус 1 до плюс 14 | «Заданная точка» 3,0 — 3,4 |
| «Род работы» +мВ | «Выдержка» 10 |
| | «Зона» 1 |
| | «Вверх — вниз» вниз |

Не отфильтровывая осадок платины в анализируемый раствор погружают перемешивающий стержень, электроды и дозирующую трубку, которая должна быть расположена близко к индикаторному электроду, во избежание перетитрования раствора.

Раствор разбавляют дистиллированной водой до объема, при котором рабочие части электродов были бы погружены в раствор.

Включают мешалку и начинают титрование раствором натрия хлористого нажатием на блоке автоматического титрования клавиш «Пуск» и «Вкл». Начало процесса титрования сопровождается загоранием сигнальной лампочки «Процесс». Титрование ведут до заданной точки 3,0 — 3,4, которую определяют по кривой потенциометрического титрования раствора серебра азотнокислого раствором концентрации 0,1 моль/дм³ натрия хлористого. По окончании титрования загорается сигнальная лампочка «Конец» и прекращается подача через дозирующую трубку раствора хлористого натрия. После этого отжимают клавиши «Пуск» и «Вкл», выключают магнитную мешалку, вынимают из стакана электроды и перемешивающий стержень и обмывают их дистиллированной водой. Фиксируют объем раствора, израсходованного на титрование (с точностью 0,1 см³).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m — масса навески анализируемого сплава, г;

V — объем хлористого натрия, израсходованный на титрование, см³;

T — титр раствора хлористого натрия по серебру, г/см³.

5.2. Разность между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать абсолютного значения допускаемого расхождения $D = 0,25$ %.

Разность двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных в разных лабораториях, не должна превышать абсолютного значения допускаемого расхождения $D = 0,35$ %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3. Контроль точности результатов определений 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 точными, если абсолютная разность наибольшего и наименьшего значений массовой доли серебра в искусственной смеси не превышает 0,20 %.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А.А.Куранов, Г.С. Хаяк, Н.С. Степанова, Н.Д. Сергиенко, И.Г.Сажина, Т.И. Беляева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.03.83 № 1371

3. ВЗАМЕН ГОСТ 12555—67 в части разд. 2

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|--------------|
| ГОСТ 1770—74 | Разд. 2 |
| ГОСТ 4217—77 | Разд. 2 |
| ГОСТ 4233—77 | Разд. 2 |
| ГОСТ 4461—77 | Разд. 2 |
| ГОСТ 6836—80 | Разд. 2 |
| ГОСТ 22864—83 | 1.1 |
| ГОСТ 24104—88 | Разд. 2 |
| ГОСТ 25336—82 | Разд. 2 |
| ГОСТ 29251—91 | Разд. 2 |

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

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (февраль 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89)