



12552.1-77
12552.2-77

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

РАЗРАБОТАН Свердловским заводом по обработке цветных металлов

Директор С. Г. Гуцин

Руководители работы: В. Г. Левнан, 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

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

431-95
13

Соль динатриевая этилендиамина-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 см³, г/мл на г/см³, л на 1000 см³.

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 максимального 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 %».