

СПЛАВЫ ПАЛЛАДИЕВО-СЕРЕБРЯНО-МЕДНЫЕ

Метод определения меди и серебра

Palladium-silver-copper alloys. Method of the
determination of copper and silverГОСТ
12561.1—78Взамен
ГОСТ 12561—67
в части разд. 2, 3, 4Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 24 марта 1978 г. № 795 срок действия установленс 01.07. 1979 г.
до 01.07. 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический метод определения содержания меди (при массовой доле меди от 3,5 до 4,5%) и потенциометрический метод определения содержания серебра (при массовой доле серебра от 35,4 до 36,6%) с применением блока автоматического титрования в палладиево-серебряно-медных сплавах.

Метод основан на титровании меди раствором трилона Б в присутствии мурексида в качестве индикатора с последующим потенциометрическим титрованием серебра в аммиачной среде раствором йодистого калия до заданного значения разности потенциалов. В качестве электрода сравнения при потенциометрическом титровании 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.

рН-метр лабораторный типа рН-340.

Мешалка магнитная ММ-2.

Блок автоматического титрования лабораторный БАТ-12-ЛМ.



Бюретки с автоматической установкой нуля вместимостью 50 мл.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 25 мл.

Стаканы по ГОСТ 10394—74, вместимостью 150 мл.

Серебро марки 999,9 по ГОСТ 6836—72.

Медь марки М00 по ГОСТ 859—77.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

Стандартный раствор меди; готовят следующим образом: 0,5000 г меди растворяют в 20 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора содержит 0,001 г меди.

Мурексид, свежеприготовленный 0,3%-ный раствор; готовят следующим образом: 0,03 г индикатора растворяют при нагревании в 10 мл воды.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Ацетатный буферный раствор с рН 6,0; готовят следующим образом: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 500 мл воды, добавляют 20 мл уксусной кислоты, доводят до 1 л водой и перемешивают.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,05 н. раствор; готовят следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в 500 мл воды при нагревании, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

Установка титра 0,05 н. раствора трилона Б

25 мл стандартного раствора меди помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, разбавляют 25 мл воды, нейтрализуют аммиаком до слабого запаха, вводят 10 мл ацетатного буферного раствора, пять капель раствора мурексида и титруют 0,05 н. раствором трилона Б до перехода зеленого цвета раствора в фиолетовый.

Титр раствора трилона Б (T), выраженный в г/мл меди, вычисляют по формуле

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

где m — масса меди, взятая на титрование, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

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 углекислого натрия, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают до метки 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 и нейтрализуют аммиаком. Раствор титруют, как указано в п. 4.2.

Титр раствора йодистого калия (T_1), выраженный в г/мл, вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{m}{V},$$

где m — масса серебра, г;

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

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 150 мл и растворяют при нагревании в 50 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор выпаривают до 10 мл, разбавляют 25 мл воды и нейтрализуют аммиаком до образования комплекса палладия и меди светло-зеленого цвета.

Раствор должен иметь слабый запах аммиака, в случае избытка аммиака добавляют по каплям азотную кислоту, а в случае избытка азотной кислоты добавляют по каплям аммиак.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определение меди

В подготовленный для анализа раствор добавляют 10 мл ацетатного буферного раствора, 4—5 капель раствора мурексида и титруют 0,05 н. раствором трилона Б до перехода зеленого цвета раствора в фиолетовый. После чего в растворе определяют содержание серебра.

4.2. Определение серебра

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» и, 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 задатчиках прибора БАТ-12-ЛМ: «Заданная точка» — величину «7» и точно «0,3», что соответствует 750 мВ; «Импульсная подача» — зону пропорциональности «2,0»; «Время выдержки» — 10 с.

Присоединяют электроды к прибору рН-340.

Электрод сравнения (хлораллиевый) присоединяют к клемме «Всп», индикаторный электрод (серебряная проволока) — к клемме «Изм».

В анализируемый раствор после определения меди 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 перетитрования 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 кран 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.

Затем устанавливают переключатель магнитной мешалки на нулевое деление, переключатель «Виды работ» прибора БАТ-12-ЛМ в положение «Ручное». Далее 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.