

СПЛАВЫ ПАЛЛАДИЕВО-СЕРЕБРЯНО-КОБАЛЬТОВЫЕ**Метод определения кобальта и серебра**Palladium-silver-cobalt. Method of the determination
of cobalt and silver**ГОСТ
12560.1—78**Взамен
ГОСТ 12560—67
в части разд. 2 и 3Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 24 марта 1978 г. № 794 срок действия установленс 01.07. 1979 г.
до 01.07. 1984 г.**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический метод определения содержания кобальта (при массовой доле кобальта от 4,5 до 5,5%), потенциометрический метод определения содержания серебра (при массовой доле серебра от 34,4 до 35,6%) с применением блока автоматического титрования в палладиево-серебряно-кобальтовых сплавах.

Метод основан на титровании кобальта 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—72, вместимостью 150 мл.

Серебро марки 999,9 по ГОСТ 6836—72.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

Кобальт марки К0 по ГОСТ 123—78.

Стандартный раствор кобальта; готовят следующим образом: 0,5000 г кобальта растворяют при нагревании 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 кобальта.

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

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, 20%-ный раствор.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, 20%-ный раствор.

Аммонийно-ацетатный буферный раствор; готовят следующим образом: пять объемов 20%-ного раствора уксуснокислого аммония нейтрализуют аммиаком по лакмусу до pH7, смешивают с одним объемом 20%-ного раствора уксуснокислого натрия и на каждые 100 мл этой смеси, прибавляют 3 мл раствора аммиака.

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 кобальта помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, разбавляют 25 мл воды, нейтрализуют аммиаком до слабого запаха, вводят 10 мл аммонийно-ацетатного буферного раствора, пять капель раствора мурексида и титруют 0,05 н. раствором трилона Б до перехода оранжевого цвета раствора в малиновый.

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

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

где m — масса кобальта, 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 до слабого запаха. Раствор титруют, как указано в разд. 4.

Титр раствора йодистого калия (T_1), выраженный в г/мл серебра, 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 кобальта. Раствор должен иметь слабый запах аммиака, в случае избытка аммиака прибавляют по каплям азотную кислоту, а в случае избытка азотной кислоты добавляют по каплям аммиак.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определение кобальта

В подготовленный для анализа раствор добавляют 10 мл аммонийно-ацетатного буферного раствора, 4—5 капель раствора мурексида и титруют 0,05 н. раствором трилона Б до перехода оранжевого цвета раствора в малиновый, 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 нагрева 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 (хлорталлиевый) присоединяют в клемме «ВСП», индикаторный электрод (серебряная проволока) — к клемме «Изм».

В анализируемый раствор после определения кобальта 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 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.

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.