



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



Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР

МОСКВА

GOST
СТАНДАРТЫ

ГОСТ 12552.1-77, Сплавы платино-никелевые. Метод определения никеля
Platinum-nickel alloys. Method for the determination of nickel

РАЗРАБОТАН Свердловским
ТАЛЛОВ

Директор С. Г. Гуцун
Руководители работы: В. Г. Ле
Исполнители: М. П. Юфа, Н.

ВНЕСЕН Министерством цвет

Зам министра В. С. Устинов

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ
ТЕЛЬСКИМ институтом стандар

Директор А. В. Гличев

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ
ВЕННОГО комитета стандартов
ноября 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 рН 5 и титровании избытка трилона Б раствором уксуснокислого цинка с индикатором кислородным 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

3

431-95
13

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 aliquотные 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

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета стандартов СССР от 15.06.88 № 1825.

Под наименованием стандарта проставить код. По всему тексту стандарта заменить г/см^3 на г/см^2 , 1 л на 1000 см^2 .

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 2917—74 на ГОСТ 12552.1—77.

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «анализа должно оканчиваться цифрой тождественности марочного состава».

Раздел 2. Девятый абзац. Заменить значение: 0,1 на 0,2; десятый абзац. Заменить значение: 0,1 на 0,2; одиннадцатый абзац. Заменить слова: «массовой долей 50 %»;

двенадцатый абзац. Заменить слова: «массовой долей 0,20»;

заменить ссылки: ГОСТ 19491—74 на ГОСТ 25336—82, ГОСТ 5823—69 на ГОСТ 199—78.

Разделы 4, 5. По всему тексту на
 (7 раз); 5 % -ного (3 раза); 0,2 %-ного

Пункт 4.1. Формула, Экспликация
 «см» (2 раза).

Пункт 5.1. Формула, Экспликация
 «см» (2 раза); «содержание» на «массово

Пункт 5.2 после слов «параллель»
 « d — показатель сходимости»;

дополнить абзацем: «Абсолютные
 результатов определений, полученных в
 владеть воспроизводимости), не долж

Раздел 5 дополнить пунктом —
 ти результатов анализа

Контроль правильности результатов
 проведение воспроизведением его макс
 чского состава, близкого составу а
 весь ход анализа.

Результаты анализа проб считаю
 ность максимального и минимального
 ственной см.с. не превышает 0,06 %
 и 0,17 % — при массовой доле никеля

(ИЭС №