

СПЛАВЫ ЗОЛОТО-ПЛАТИНОВЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

СПЛАВЫ ЗОЛОТО-ПЛАТИНОВЫЕ

Метод определения золота

Alloys gold-platinum.
Method for the determination of gold

ГОСТ
12562.1—82

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.84

Настоящий стандарт устанавливает кулонометрический метод определения золота в золото-платиновых сплавах (при массовой доле золота от 89,6 до 99,9 %).

Метод основан на кулонометрическом титровании золота электрогенерированным железом с применением автоматического потенциометра. Электродную пару образуют платиновый электрод и вольфрамовый электрод сравнения.

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 нормируемый показатель марочного состава.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

pH-метр-милливольтметр.

Потенциостат П-5827м.

Автоматический потенциометр КСП-4.

Магнитная мешалка.

Электрическая ячейка: генераторный и вспомогательный электроды — платиновая проволока диаметром 2 мм в форме плоской спирали, площадью 30 см².

Индикаторная система:

индикаторный платиновый электрод ЭПЛ-0,2;

электрод сравнения — вольфрамовая проволока диаметром 3 мм.

Секундомер по ТУ 25—1819.0021, ТУ 25—1894.003.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Смесь азотной и соляной кислот в соотношении 1 : 3.

Квасцы железоаммонийные по ТУ 6 — 09 — 5359, 0,5 М раствор: 141 г квасцов растворяют в 500 см³ воды, приливают 105 см³ серной кислоты и 250 см³ ортофосфорной кислоты, перемешивают и фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Раствор доливают водой до метки и перемешивают.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Навеску сплава массой 0,1 г растворяют при нагревании в 10 см³ смеси кислот. Раствор переводят в солянокислый двукратным выпариванием с 10 см³ соляной кислоты (1 : 1), приливают 50 см³ воды и 40 см³ 0,5 М раствора железоаммонийных квасцов.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Подготовленный для анализа солянокислый раствор сплава переносят в ячейку, закрывают крышкой с закрепленными в ней электродами. Ячейку с раствором помещают на магнитную мешалку.

Включают в сеть питания потенциостат, потенциометр, рН-метр, мешалку и прогревают их до рабочего состояния.

Переключатели на блоках потенциостата устанавливают в следующих положениях:

начальное напряжение блока БЗН-1 В;

делитель МА1 блока БВК — 1 : 1 «вкл.»;

множитель тока блока БПУ — 100 мА/В, что соответствует силе тока 100 мА на выходе потенциостата;

шкала прибора БВВ-1 — 0,5;

переключатель «+» «0» — » — 0;

переключатель I_3 , $I_{\text{раб}}$ $I_{\text{вн}}$ — $H_{\text{раб}}$.

Лентопотяжный механизм потенциометра включают на скорость 720 мм/ч и переключатель напряжения блока БВВ-1 переводят в положение «+». Затем замыкают цепь электрода переводом переключателя блока БПУ в положение «ячейка вкл.» и одновременно включают секундомер. Секундомер выключают при достижении минимального значения потенциала, соответствующего точке эквивалентности на кривой титрования.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{0,067121 \cdot t \cdot 100}{m},$$

где 0,067121 — количество золота, выделяющееся в течение 1 с при силе тока 100 мА, мг;

t — время титрования, с;

m — масса навески сплава, мг.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать 0,20 %.

Абсолютные расхождения средних результатов определений, полученных в двух различных лабораториях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать 0,30 %.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3. Контроль правильности результатов определения массовой доли золота 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 золота в искусственной смеси не превышает 0,17 %.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А.А. Куранов, Г.С. Хаяк, Н.Д. Сергиенко, Н.С. Степанова, Л.Д. Бедрин, Т.И.Беляева,
Е.Е. Сафонова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.09.82 № 3864

3. ВЗАМЕН ГОСТ 12562—67 в части разд. 2

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 6552—80	Разд. 2
ГОСТ 22864—83	1.1
ТУ 6—09—5359—87	Разд. 2
ТУ 25—1819.0021—90	Разд. 2
ТУ 25—1894.003—90	Разд. 2

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

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1988 г. (ИУС 10—88)