МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения палладия

Издание официальное

БЗ 11—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 105, Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353- ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.17—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Средства измерений и вспомогательные устройства 1
5 Порядок проведения измерений 2
6 Обработка результатов измерений 3
7 Допустимая погрешность измерений 3
8 Требования к квалификации 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения палладия

Sponge titanium.
Method for determination of palladium

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения палладия (при массовой доле палладия от 0,005 % до 0,015 %) в губчатом титане по ГОСТ 17746.

Метод основан на измерении атомной абсорбции палладия в электротермическом режиме атомизации при длине волны 247,6 нм.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 13462—79 Палладий и палладиевые сплавы. Марки

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 23780—96 Титан губчатый. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086.

3.2 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780.

3.3 Массовую долю палладия определяют по двум навескам.

3.4 При построении градуировочного графика каждая градуировочная точка строится по среднему арифметическому результатов двух измерений.

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

Атомно-абсорбционный спектрофотометр, оснащенный графитовым атомизатором.

Лампа спектральная с полым катодом на палладий.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Кислота азотная по ГОСТ 11125.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, ρ = 1,19 г/см^3, и разбавленная 1:1.

Смесь кислот: одна часть азотной кислоты и три части соляной кислоты.

Издание официальное

Палладий марки Пд 99,9 по ГОСТ 13462.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы палладия.

Раствор А: 0,1 г палладия помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, приливают 10 $см^3$ смеси кислот, умеренно нагревают до полного растворения, выпаривают до сухих солей, приливают 5 $см^3$ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Операцию повторяют.

Сухой остаток растворяют в 5 $см^3$ соляной кислоты, приливают 10 $см^3$ воды, нагревают до кипения и кипятят в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,0001 г палладия.

Раствор Б: 5 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1), доливают до метки и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,00001 г палладия.

Этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты динатриевая соль (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор массовой концентрации 10 $г/дм^3$.

5 Порядок проведения измерений

5.1 Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, приливают 20 $см^3$ соляной кислоты и ведут растворение при нагревании, накрыв стакан часовым стеклом и поддерживая объем раствора в стакане примерно 20 $см^3$ добавлением соляной кислоты.

После полного растворения навески добавляют по каплям азотную кислоту до обесцвечивания раствора и кипятят 1-2 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 70 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1), 5 $см^3$ раствора трилона Б, доливают водой до метки и перемешивают.

Для приготовления раствора контрольного опыта в стакан вместимостью 100 $см^3$ помещают 20 $см^3$ соляной кислоты, нагревают до кипения, добавляют 2-3 капли азотной кислоты и кипятят в течение 1-2 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 70 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1), 5 $см^3$ раствора трилона Б, доливают водой до метки и перемешивают.

Проводят построение градуировочного графика или градуирование прибора при работе в автоматическом режиме.

5.2 При массовой доле палладия от 0,005 % до 0,015 % в шесть стаканов вместимостью 100 $см^3$ помещают по 0,5 г губчатого титана с содержанием палладия менее 0,005 % и проводят растворение, как указано в 5.1.

Растворы переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, в пять из шести мерных колб приливают 2,5; 4,0; 5,0; 6,0; 7,5 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0,25; 0,40; 0,50; 0,60; 0,75 $мкг/см^3$ палладия.

Раствор шестой колбы является раствором титана.

Доливают во все шесть колб по 5 $см^3$ раствора трилона Б и раствор соляной кислоты (1:1) до метки и перемешивают.

5.2.1 Вводят в графитовую кювету с помощью микродозатора вместимостью 0,02 $см^3$ последовательно раствор контрольного опыта, раствор титана и растворы, содержащие стандартный раствор палладия, в порядке возрастания концентрации палладия. Измерение атомной абсорбции палладия проводят в режиме с электротермической атомизацией с параметрами, приведенными в таблице 1.

Таблица 1

Параметр	Значение
Ток спектральной лампы	10 мА
Длина волны	247,6 нм
Ширина щели прибора	0,4 нм
Сушка: температура I стадии время температура II стадии время	 323—373 К 15 с 373—773 К 10 с

Окончание таблицы 1

Параметр	Значение
Озоление: температура время	 473—1723 К 15 с
Атомизация: температура время	 2273—2873 К 7 с
Очистка: температура время	 2873 К 3 с
Расход аргона	200 $см^3$/мин

На стадии атомизации подачу аргона прекращают.

Из значений атомной абсорбции растворов, содержащих добавки стандартного раствора палладия, вычитают значение атомной абсорбции раствора титана. По полученным значениям разности атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям палладия (мкг/$см^3$) строят градуировочный график в соответствии с ГОСТ 25086, по которому определяют массовую концентрацию палладия в растворе контрольного опыта и в растворе титана.

5.3 При работе прибора в автоматическом режиме проводится его градуирование. Для этого в четыре стакана вместимостью 100 $см^3$ помещают навески губчатого титана массой по 0,5 г с содержанием палладия менее 0,005 % и проводят растворение, как указано в 5.1.

Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$. В три из четырех мерных колб с растворами титана приливают 2,5; 5,0; 7,5 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0,25; 0,50; 0,75 мкг/$см^3$ палладия.

Раствор четвертой колбы является раствором титана.

Доливают во все четыре колбы по 5 $см^3$ раствора трилона Б, раствор соляной кислоты (1:1) до метки и перемешивают.

Раствор контрольного опыта готовят, как указано в 5.1.

5.3.1 В графитовую кювету с помощью микродозатора вместимостью 0,02 $см^3$ вводят раствор титана, затем в порядке возрастания концентрации палладия растворы, содержащие добавки стандартного раствора палладия, и проводят градуировку прибора.

Измерения атомной абсорбции палладия проводят в режиме по 5.2.1.

5.4 Далее вводят в графитовую кювету растворы контрольного опыта и анализируемой пробы и проводят измерение атомной абсорбции палладия в режиме по 5.2.1.

После каждых 4-5 измерений атомной абсорбции проводят очистку графитовой кюветы: с помощью микродозатора вводят в кювету дозу воды объемом 0,02 $см^3$ и проводят атомизацию в режиме по 5.2.1.

6 Обработка результатов измерений

Массовую долю палладия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C - C_0)\, V\, 10^{-6}}{m} \cdot 100 , \qquad (1)$$

где C — массовая концентрация палладия в растворе пробы, мкг/$см^3$;

C_0 — массовая концентрация палладия в растворе контрольного опыта, мкг/$см^3$;

V — объем раствора пробы, $см^3$;

m — масса навески, г.

7 Допустимая погрешность измерений

7.1 Расхождение между результатами измерений и результатами анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должно превышать допускаемых значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

Впроцентах

Массовая доля	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел погрешности измерений Δ
От 0,0050 до 0,0150 включ.	0,0019	0,0026	0,0021

7.2 Контроль точности результатов анализа проводят по стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Контроль точности результатов анализа проводят по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор Б.

8 Требования к квалификации

К выполнению анализа допускается химик-аналитик квалификации не ниже 4-го разряда.

УДК 669.295:546.98.06:006.354 МКС 77.120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: титан губчатый, определение палладия, атомно-абсорбционный метод

Редактор *Л.И.Нахимова*
Технический редактор *И.С.Гришанова*
Корректор *М.С.Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.02.2000. Подписано в печать 10.04.2000. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,57. Тираж 203 экз. С 4838. Зак. 305.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru