ГОСТ 12550.1-82 — ГОСТ 12550.2-82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

СПЛАВЫ ПАЛЛАДИЕВО-ИРИДИЕВЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

Россия
...-химическая
БИБЛИОТЕКА

БЗ 8—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.234.5'232: 543.06: 006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ПАЛЛАДИЕВО-ИРИДИЕВЫЕ

Метод определения палладия

ГОСТ 12550.1—82

Palladium-iridium alloys.
Method for the determination of palladium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.84

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения палладия в палладиево-иридиевых сплавах (при массовой доле палладия от 50 до 92 %).

Метод основан на связывании палладия в комплексное соединение двузамещенной натриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) при pH 5 — 5,5 и титровании избытка трилона Б раствором уксуснокислого цинка с индикатором ксиленоловым оранжевым.

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. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Смесь азотной и соляной кислот в соотношении 1:3.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор с массовой долей 50 %.

Соль динатриевая этилендиамин-*N, N, N', N'* -тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,75 М раствор; 27,9 г соли растворяют при нагревании в 500 см^3 воды и доводят объем до 1000 см^3 водой.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, 0,1 М раствор: 9,15 г соли растворяют при нагревании в 500 см^3 воды и доводят до 1000 см^3 водой.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор, раствор с массовой долей 0,2%.

Палладий марки Пд 99,9 по ГОСТ 13462, стандартный раствор: 5,0000 г палладия растворяют при нагревании в 30 см^3 смеси кислот, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,01 г палладия.

Определяют соотношение объемов растворов трилона Б и уксуснокислого цинка: пипеткой или бюреткой берут 10 см^3 раствора трилона Б, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 воды, 5 см^3 раствора уксуснокислого натрия, 10 капель раствора индикатора ксиленолового оранжевого и титруют раствором уксуснокислого цинка до изменения окраски из желтой в малиновую. Параллельно проводят три определения.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Соотношение объемов (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{10}{V},$$

где V — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование 10 см^3 раствора трилона Б, см^3.

Определение титра 0,15 н. раствора трилона Б по палладию: 20 см^3 стандартного раствора палладия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают пипеткой или бюреткой 40 см^3 раствора трилона Б, 30 см^3 воды, 10 см^3 раствора уксуснокислого натрия, 10 капель раствора индикатора и титруют раствором уксуснокислого цинка до изменения окраски раствора из желтой в ярко-красную.

Титр раствора трилона Б (T) по палладию, выраженный в г/см^3, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V - V_1 \cdot K},$$

где m — масса палладия, содержащаяся в 20 см^3 стандартного раствора, г;

V — объем раствора трилона Б, см^3;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б, см^3;

K — соотношение объемов растворов трилона Б и уксуснокислого цинка.

(Измененная редакция, Изм.№1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску сплава массой 0,25 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют при нагревании в 30 см^3 смеси кислот, упаривают до 5 см^3 и охлаждают до комнатной температуры. Затем приливают пипеткой или бюреткой 40 см^3 трилона Б, 40 см^3 раствора уксуснокислого натрия и тщательно перемешивают. Избыток трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого (10 капель) до изменения окраски раствора из желтой в ярко-красную.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю палладия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем трилона Б, добавленный для образования комплекса палладия, см^3;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б, см^3,

K — соотношение объемов растворов трилона Б и уксуснокислого цинка;

T — титр раствора трилона Б по палладию, г/см^3;

m — масса сплава, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать 0,30%.

Абсолютные расхождения средних результатов определений, полученных в двух различных лабораториях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать 0,50 %.

(Измененная редакция, Изм.№1).

4.3. Контроль точности результатов анализа.

Контроль точности результатов определения массовой доли палладия проводится воспроизведением его массовой доли в искусственной смеси химического состава, близкого химическому составу анализируемого сплава, проведенной через весь ход анализа.

Результаты анализа проб считают точными, если абсолютная разность максимального и минимального значений массовых долей палладия в искусственной смеси не превышает 0,14 % — при массовой доле палладия от 50 до 83 % и 0,15 % — при массовой доле палладия свыше 83 %.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А.А. Куранов, канд. техн. наук, **Н.И. Тимофеев**, канд. техн. наук; **Г.С. Хаяк**; **Н.С. Степанова**; **Н.Д. Сергиенко**, канд. хим. наук; **А.А. Осинцева**; **Т.И. Беляева**; **Е.Е. Сафонова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.09.82 № 3703

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 12550—67 в части раздела 2

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 199—78	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 5823- 78	2
ГОСТ 10652—73	2
ГОСТ 13462—79	2
ГОСТ 22864—83	1.1

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

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (декабрь 1998 г.) с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1988 г. (ИУС 7—88)

gost.e-ecolog.ru