УДК 669.715.543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ

Метод определения палладия

Titanium alloys.
Method for the determination of palladium

ГОСТ 19863.11—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения палладия (при массовой доле от 0,05 до 1,0%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на растворении пробы в соляной и борофтористоводородной кислотах в присутствии винной кислоты, образовании при pH 1 комплексного соединения палладия с нитрозо-Р-солью, окрашенного в красно-оранжевый цвет, и измерении оптической плотности раствора при длине волны 510 нм. Окраска комплекса устойчива в течение одних суток.

Определению не мешает ниобий, молибден, ванадий, алюминий; мешают цирконий и хром при их соотношении к палладию более чем 1 : 1.

3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Термометр стеклянный жидкостный или ртутный до 100°С с ценой деления 1°.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³ и раствор 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см³.

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

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 500 г/дм³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота борофтористоводородная: к 280 см³ фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Реактив готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Нитрозо-Р-соль, раствор 1 г/дм³.

Палладий по ГОСТ 13462 марки Пд 99,9.

Стандартный раствор палладия: 0,1 г палладия помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ смеси кислот, умеренно нагревают до полного растворения, выпаривают до сухих солей, приливают 5 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Операцию повторяют.

Сухой остаток растворяют в 5 см³ соляной кислоты, приливают 10 см³ воды, нагревают до кипения и кипятят в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г палладия.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску пробы массой в соответствии с табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты, 2 см³ борофтористоводородной кислоты, 10 см³ раствора винной кислоты, перемешивают и умеренно нагревают до полного растворения.

Таблица 1

Массовая доля палладия, %	Масса навески пробы, г
От 0,05 до 0,2 включ.	0,5
Св. 0,2 » 0,5 »	0,25
» 0,5 » 1,0 »	0,1

В раствор добавляют 5—10 капель азотной кислоты до прекращения выделения пузырьков газа и исчезновения фиолетовой окраски, затем раствор охлаждают до комнатной температуры, добавляют 20 см³ раствора винной кислоты, переводят в мерную кол-

бу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

4.2. Аликвотную часть раствора 10 см³ переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до 80 см³, приливают 10 см³ раствора нитрозо-Р-соли и нагревают до кипения.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3. Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 510 нм в кювете с толщиной фотометрируемого слоя 30 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, который готовят по п. 4.1 со всеми используемыми в анализе реактивами.

Массовую долю палладия определяют по градуировочному графику.

4.4. Построение градуировочного графика

В восемь из девяти конических колб вместимостью по 100 см³ отмеряют из микробюретки 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6 см³ стандартного раствора палладия, приливают по 1 см³ раствора соляной кислоты, по 80 см³ воды и далее продолжают по пп. 4.2 и 4 3.

Раствором сравнения служит раствор, в который не введен палладий.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам палладия строят градуировочный график.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100,$$

где m — масса палладия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

5 2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля палладия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,050 до 0,100 включ.	0,008	0,010
Св 0,100 » 0,250 »	0,015	0,020
» 0,250 » 0,500 »	0,025	0,030
» 0,50 » 1,00 »	0,04	0,05

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством авиационной промышленности СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; **В. А. Мошкин**, канд. техн. наук; **Г. И. Фридман**, канд. техн. наук; **Л. А. Тенякова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 5.05.91 № 625

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 19863.11—80**

4. **Периодичность проверки — 5 лет**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3118—77	3
ГОСТ 4461—77	3
ГОСТ 5817—77	3
ГОСТ 9656—75	3
ГОСТ 10484—78	3
ГОСТ 13462—79	3
ГОСТ 25086—87	1.1

gost.e-ecolog.ru