УДК 669.231.5'.234 : 546.98.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-ПАЛЛАДИЕВЫЕ

Метод определения палладия

Platinum-palladium alloys.
Method for the determination of palladium

ГОСТ 12553.1—77

Взамен ГОСТ 12553—67 в части разд. 2

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27 декабря 1977 г. № 3070 срок действия установлен

с 01.01.1979 г.
до 01.01.1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения палладия (при массовой доле палладия от 10,0 до 40%).

Метод основан на связывании палладия в комплексное соединение двузамещенной натриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) при pH 5 и титровании избытка трилона Б раствором уксуснокислого цинка с индикатором ксиленовым 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 мл по ГОСТ 20292—74.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—67.
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

gost.e-ecolog.ru

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—68, 50%-ный раствор.

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.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор, 0,2%-ный водный раствор.

Палладий марки Пд 99,9 по ГОСТ 13462—68, стандартный раствор; готовят следующим образом: 5,0000 г палладия растворяют при нагревании в 30 мл смеси кислот, переводят в мерную колбу вместимостью 500 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора содержит 0,01 г палладия.

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, растворяют при нагревании в 100 мл смеси кислот и выпаривают до 50 мл.

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 палладию

20 мл стандартного раствора палладия помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают пипеткой или бюреткой 40 мл 0,15 н. раствора трилона Б, 30 мл воды, 10 мл 50%-ного раствора уксуснокислого натрия, 10 капель 0,2%-ного раствора инди-

катора ксиленолового оранжевого и титруют 0,1 н. раствором уксуснокислого цинка до изменения окраски раствора из желтой в ярко-красную.

Титр (T), выраженный в г/мл палладия, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{v - v_1 \cdot K},$$

где m— масса палладия, 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 палладия

Подготовленный к анализу раствор анализируемого сплава переводят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Из мерной колбы берут пипеткой две аликвотные части по 25 мл, которые помещают в конические колбы вместимостью по 250 мл. Затем в анализируемый раствор приливают пипеткой или бюреткой 40 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 0,2%-ного раствора индикатора ксиленолового оранжевого (10 капель) до изменения окраски раствора из желтой в ярко-красную.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(v - v_1 \cdot K) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где v—количество 0,15 н. раствора трилона Б, добавляемое для образования комплекса палладия, мл;

v_1—количество 0,1 н. раствора уксуснокислого цинка, израсходованное на титрование избытка раствора трилона Б, мл;

K— соотношение трилона Б с уксуснокислым цинком;

T— титр 0,15 н. раствора трилона Б по палладию, г/мл;

m— масса сплава, соответствующая аликвотной части, г.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать 0,20%.

Группа В59

Изменение № 1 ГОСТ 12553.1—77 Сплавы платино-палладиевые. Метод определения палладия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.05.88 № 1435

Дата введения 01.01.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$, г/мл на $г/см^3$.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 22864—77 на ГОСТ 22864—83.

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «1.2. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и нормируемый показатель марочного состава».

Раздел 2. Девятый абзац. Заменить слова: «50 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 50 %»;

десятый абзац. Заменить значение: 0,15 н. на 0,075 моль/$дм^3$;

одиннадцатый абзац. Заменить значение: 0,1 н. на 0,1 моль/$дм^3$;

двенадцатый абзац. Заменить слова: «0,2 %-ный водный раствор» на «раствор с массовой долей 0,2 %»;

заменить ссылки: ГОСТ 19419—74 на ГОСТ 24104—80, ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82, ГОСТ 199—68 на ГОСТ 199—78, ГОСТ 5823—69 на ГОСТ

(Продолжение изменения к ГОСТ 12553.1—77)

5823—78, ГОСТ 13462—68 на ГОСТ 13462—79, ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77.

Разделы 4, 5. По всему тексту исключить значения: 0,1 н. (6 раз), 0,15 н. (7 раз), 0,2 %-ного (3 раза), 50 %-ного (3 раза).

Пункт 4.1. Экспликация к формуле. Заменить слово: «количество» на «объем (2 раза).

Пункт 4.2. Экспликация к формуле. Заменить слово: «количество» на «объем» (2 раза).

Пункт 5.2 после слов «параллельных определений» дополнить словами: «(d — показатель сходимости)»;

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

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.3: «5.3. Контроль правильности результатов анализа

Контроль правильности результатов определения массовой доли палладия 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 палладия в искусственной смеси не превышает 0,11 %».

(ИУС № 8 1988 г.)

gost.e-ecolog.ru