

**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 бромоводородной 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°C с ценой деления 1°.

**Издание официальное**

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>.

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

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 500 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота борофтористоводородная: к 280 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>.

Палладий по ГОСТ 13462 марки Пд 99,9.

Стандартный раствор палладия: 0,1 г палладия помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> смеси кислот, умеренно нагревают до полного растворения, выпаривают до сухих солей, приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Операцию повторяют.

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

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 2 см<sup>3</sup> борофтористоводородной кислоты, 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, переводят в мерную кол-

бу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

4.2. Аликвотную часть раствора 10 см<sup>3</sup> переносят в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до 80 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора нитрозо-Р-соли и нагревают до кипения.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> отмеряют из микробюретки 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6 см<sup>3</sup> стандартного раствора палладия, приливают по 1 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, по 80 см<sup>3</sup> 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