

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-R-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/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