

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 этилендиамина тетрауксусной кислоты (трилон Б) при рН 5 и титровании избытка трилона Б раствором уксуснокислого цинка с индикатором кисленовым 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.

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-