

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 бромфтористоводородной 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/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 копическую 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-