

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**

**ПАЛЛАДИЙ**  
**МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

Издание официальное

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР  
РАЗРАБОТЧИКИ

В.А. Корнеев, В.Е. Аврамов, М.А. Гаврилов, Г.Н. Верхотуров,  
А.К. Дементьева, И.И. Коршакевич

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.03.80 № 1201

Изменение № 7 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 10 от 04.10.96)

Дата введения 1997—09—01

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2250

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт

## 3. Периодичность проверки 5 лет

## 4. ВЗАМЕН ГОСТ 12225—66

## 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 5962—67	2.1, 3.1, 5.1
ГОСТ 6563—75	4.1
ГОСТ 6709—72	5.1
ГОСТ 9147—80	4.1
ГОСТ 10691.0—84	3.1
ГОСТ 10691.1—84	3.1
ГОСТ 14261—77	2.1, 3.1, 5.1
ГОСТ 22864—83	1.1
ГОСТ 25336—82	4.1

## 6. Постановлением Госстандарта от 24.02.92 № 175 снято ограничение срока действия

## 7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, утвержденными в мае 1982 г., июне 1984 г., июле 1985 г., феврале 1989 г., декабре 1990 г., феврале 1992 г., феврале 1997 г. (ИУС 8—82, 10—84, 10—85, 5—89, 4—91, 6—92, 5—97)

Редактор *М.И. Максимова*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *Е.Ф. Митрофанова*  
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.01.99. Подписано в печать 11.02.99. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,15.  
Тираж 137 экз. С1892 Зак. 104

ИПК Издательство стандартов 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"  
Москва, Лялин пер., 6.

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ****ПАЛЛАДИЙ****Методы анализа**Palladium.  
Methods of analysis**ГОСТ**  
**12225—80**

ОКСТУ 1709

Дата введения **01.07.81**

Настоящий стандарт устанавливает спектрометрический и спектрографический методы определения содержания платины, родия, рутения, иридия, свинца, золота, серебра, никеля, меди, железа, алюминия, кремния, олова, магния, цинка, сурьмы и гравиметрический метод определения летучих примесей, а также рентгено-спектральный флуоресцентный метод определения цинка.

Спектрометрический метод основан на искровом возбуждении излучения между пробой палладия и контрэлектродом или на переводе пробы палладия в глобулу, испарении элементов примесей в дуге постоянного тока с последующим фотоэлектрическим измерением интенсивности аналитических линий примесей.

Определяют примеси: платину, иридий, рутений, сурьму, цинк и свинец — от 0,003 до 0,1% каждого; родий, золото, железо и никель — от 0,001 до 0,1% каждого; серебро, кремний, алюминий, медь, магний — от 0,001 до 0,02% каждого; олово от 0,0005 до 0,02%.

Спектрографический метод основан на переводе пробы палладия в глобулу, испарении элементов примесей в дуге постоянного тока и фотографической регистрации их спектров.

Определяют примеси: платину, родий, иридий, рутений — от 0,002 до 0,1% каждого; никель, медь, серебро, магний — от 0,001 до 0,01% каждого; алюминий, кремний, свинец — от 0,001 до 0,02% каждого; железо от 0,002 до 0,05%; золото — от 0,001 до 0,05%; олово, цинк — от 0,0005 до 0,02%.

Гравиметрический метод основан на определении массовой доли потерь при прокаливании по разности массы анализируемого образца до и после прокаливания.

Рентгено-спектральный флуоресцентный метод основан на возбуждении вторичного излучения от палладия полихроматическим излучением рентгеновской трубки с последующим ионизационным измерением интенсивности аналитической линии цинка. Определяют цинк — от 0,001 до 0,02%.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 4, 5, 7).

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22864.

(Измененная редакция, Изм. № 5).

1.2. (Исключен, Изм. № 5).

1.3. Массовую долю примесей спектрографическим и гравиметрическими методами определяют не менее, чем в четырех параллельных навесках, спектрометрическим — не менее чем из четырех мест одной таблетки.

1.4, 1.5. (Исключены, Изм. № 5).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1980  
© ИПК Издательство стандартов, 1999  
Переиздание с изменениями

## 2. СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

## 2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Квантометр эмиссионный АРЛ 31000 или другой, не уступающий по точности прибор.

Генератор униполярный низковольтной искры.

Пресс НТР-60.

Стальная пресс-форма с матрицей внутренним диаметром 40 мм.

Станок для заточки металлических стержней.

Весы аналитические.

Палладиевые стержни диаметром 6 мм, длиной 150 мм (массовая доля палладия не менее 99,98%), заточенные на конус под углом 90°.

Градуировочные образцы.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, разбавленная 1 : 1.

Вода дистиллированная.

Стандартный образец состава палладия для проверки правильности результатов анализа.

Электроды графитовые спектрально-чистые.

(Измененная редакция, Изм. № 5, 7).

## 2.2. Подготовка к анализу

Для удаления поверхностных загрязнений палладий кипятят в растворе соляной кислоты в течение 2 мин, промывают водой и сушат.

Навеску массой 20 г помещают в пресс-форму и прессуют усилием 490000 Н.

Таблетку пробы помещают на водоохлаждаемую подставку воздушного штатива спектрометра.

Контрэлектродом служит палладиевый стержень.

Аналитический промежуток  $3 \pm 0,02$  мм устанавливается по шаблону.

Таблетка и палладиевый стержень являются электродами низковольтной униполярной искры.

Если на анализ поступают пробы в виде литых стержней диаметром 6—8 мм, длиной 20—25 мм, торцы стержней обрабатывают на станке на плоскую гладкую поверхность, после чего поверхность палладия очищают, как указано выше.

При анализе в дуге постоянного тока навеску палладия массой 100 мг помещают в кратер графитового электрода диаметром 6 мм (глубина кратера 1,5—2,0 мм, диаметр 3,5—4,0 мм). Контрэлектродом служат графитовые стержни длиной 30—50 мм, заточенные на усеченный конус и площадкой диаметром 2,5 мм.

## 2.3. Проведение анализа

Проба палладия служит анодом (+), а контрэлектрод — катодом (—).

Подготовка приборов к работе проводится согласно инструкциям по эксплуатации на приборы.

Образец обыскивают не менее четырех раз. После каждого обыскивания по заданной аналитической программе автоматически печатается результат измерения для каждого элемента.

Контрэлектрод заменяют новым перед сжиганием новой пробы.

2.2, 2.3. (Измененная редакция, Изм. № 7).

## 2.4. Обработка результатов

По результатам измерений с помощью постоянного графика, построенного по градуировочным образцам, определяют массовую долю примесей.

При оснащении квантометра компьютером (ЭВМ) по заданной аналитической программе автоматически проводят расчет массовых долей и их печатание.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое четырех измерений (обыскиваний), максимальное расхождение между которыми не превышает допустимых расхождений при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Если проведена калибровка измерительных каналов спектрометра по градуировочным образцам, массовую долю элементов примесей получают умножением зарегистрированного значения показаний цифрового вольтметра на цену деления, которая для каждого элемента определяется при калибровке.

Аналитические линии для выполнения анализа представлены в табл. 1.