

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-РОДИЕВЫЕ
Методы спектрального анализа**ГОСТ**
12556.2—82Alloys platinum-rhodium.
Methods of spectral analysisВзамен
ГОСТ 12556—67
в части разд. 3

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 сентября 1982 г. № 3865 срок действия установлен

с 01.01.84
до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы спектрального определения примесей: палладия, иридия, рутения, золота, серебра, железа, никеля, меди, кремния, алюминия, свинца, сурьмы, цинка, олова и магния в платино-родиевых сплавах.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22864—77.

2. СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ В ОБРАЗЦАХ ПРОИЗВОЛЬНОЙ ФОРМЫ И МАЛОЙ МАССЫ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ЗОЛОТА, КРЕМНИЯ, АЛЮМИНИЯ, СВИНЦА, СУРЬМЫ, ЦИНКА, ОЛОВА, НИКЕЛЯ от 0,005 до 0,05%, РУТЕНИЯ, ЖЕЛЕЗА от 0,01 до 0,08%, ПАЛЛАДИЯ от 0,005 до 0,10%, ИРИДИЯ от 0,02 до 0,08%, МАГНИЯ от 0,003 до 0,03% СЕРЕБРА, МЕДИ от 0,001 до 0,02%)

2.1. Сущность метода

Метод основан на переведении навески сплава в глобулу (жидкую каплю расплава), фотографировании ее спектра в дуговом разряде и измерении интенсивности линий примесей. Связь интенсивности спектральной линии с концентрацией примеси устанавливают по градуировочным графикам.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрограф дифракционный большой дисперсии.

Спектрограф кварцевый средней дисперсии.

Ослабитель трехступенчатый.
Генератор дуги постоянного тока.
Генератор дуги переменного тока.
Микрофотометр.
Зажимы (электрододержатели).
Стандартные образцы предприятия.
Электроды угольные, изготовленные из спектрально-чистых углей марок ОСЧ-7 или С-2.
Весы аналитические.
Секундомер.
Фотопластинки спектральные типа II, чувствительностью 10—15 условных единиц.

Станок для заточки угольных электродов.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Проявитель и фиксаж по ГОСТ 10691.0—73, ГОСТ 10691.1—73.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Образцы для анализа должны быть в виде ленты, проволочки или стружки массой 2,0 г. Для удаления поверхностных загрязнений образцы кипятят в соляной кислоте (1:1) в течение 3 мин, промывают водой и сушат.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Спектры фотографируют на спектрографе большой дисперсии при ширине щели 0,02 мм и освещении ее через трехлинзовый конденсор с диафрагмой на средней линзе конденсора высотой 5 мм. Межэлектродный промежуток корректируют непрерывно в течение всей экспозиции по изображению дуги на экране промежуточной диафрагмы.

В качестве электродов применяют спектральные угли диаметром 6 мм. Нижний электрод фигурный с перетяжкой и миллиметровым углублением в торце электрода. В углубление помещают навеску анализируемого или стандартного образца массой 0,1 г. Для верхних электродов применяют угли, заточенные на полусферу или на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5 мм.

Спектры фотографируют с экспозицией 60 с через трехступенчатый ослабитель на фотопластинку типа II.

Источником возбуждения служит дуга постоянного тока силой 8 А. Образец включают анодом. Вместе с анализируемыми образцами на одной фотопластинке фотографируют спектры стандартных образцов анализируемой марки сплава. Для каждого стандартного образца получают по две параллельных спектрограммы, для каждого анализируемого образца — по три.

Фотопластинку проявляют в течение 3—6 мин при температуре проявителя 20°C. Проявленную фотопластинку ополаскивают в воде, фиксируют, промывают в проточной воде, высушивают и фотометрируют.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Длины волн аналитических спектральных линий приведены в табл. 1.

Таблица 1

| Определяемый элемент | Длина волны линии примеси, нм | Линия сравнения | Длина волны линии сравнения, нм | Определяемый интервал концентрации, % |
|----------------------|-------------------------------|-----------------|---------------------------------|---------------------------------------|
| Палладий | 325,87 | Платина | 326,84 | 0,005—0,10 |
| | 324,27 | Платина | 324,02 | 0,01 —0,20 |
| Иридий | 322,07 | Платина | 326,84 | 0,02 —0,08 |
| | 284,97 | Родий | 285,61 | 0,01 —0,20 |
| Рутений | 349,89 | Платина | 326,80 | 0,01 —0,08 |
| | 343,67 | Платина | 326,80 | 0,01 —0,08 |
| Золото | 312,27 | Платина | 307,95 | 0,005—0,05 |
| | 267,59 | Платина | 267,45 | 0,01 —0,20 |
| Серебро | 338,28 | Платина | 326,84 | 0,001—0,02 |
| Железо | 259,93 | Платина | 259,60 | 0,01 —0,08 |
| | 253,58 | Родий | 258,72 | 0,01 —0,20 |
| Медь | 327,30 | Платина | 326,84 | 0,001—0,02 |
| Цинк | 334,50 | Платина | 326,84 | 0,005—0,05 |
| Алюминий | 309,27 | Платина | 307,95 | 0,005—0,05 |
| | 308,21 | Платина | 307,95 | 0,005—0,05 |
| Никель | 303,79 | Платина | 307,95 | 0,005—0,05 |
| Кремний | 288,15 | Платина | 285,31 | 0,005—0,05 |
| Олово | 283,99 | Платина | 285,31 | 0,005—0,05 |
| Сурьма | 287,79 | Платина | 285,31 | 0,005—0,05 |
| | 259,81 | Платина | 259,60 | 0,005—0,05 |
| Свинец | 280,20 | Платина | 285,31 | 0,005—0,05 |
| Магний | 277,67 | Родий | 276,77 | 0,005—0,02 |

2.5.2. Определение массовых долей элементов ведут по методу «трех эталонов» с объективным фотометрированием. Градуировочные графики строят для каждого определяемого элемента. По оси ординат откладывают значения разности почернений линии примеси и основного вещества, а по оси абсцисс — значения логарифмов концентраций стандартных образцов.

При помощи градуировочного графика по известным значениям разности почернений находят содержание определяемого элемента в анализируемой пробе.

2.5.3. Сходимость метода характеризуется относительным стандартным отклонением S , приведенным в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля примесей, % | Значения стандартного отклонения, % |
|---------------------------|-------------------------------------|
| От 0,001 до 0,01 | 0,30 |
| Св. 0,01 . 0,05 | 0,15 |
| „ 0,05 . 0,20 | 0,10 |

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных измерений при выполнении условия:

$$(X_{\max} - X_{\min}) \leq 3S\bar{X}_n,$$

где X_{\max} — наибольший результат параллельных измерений;
 X_{\min} — наименьший результат параллельных измерений;
 S — относительное стандартное отклонение, характеризующее сходимость измерений;
 \bar{X}_n — среднее арифметическое, вычисленное из n параллельных измерений ($n=3$).

3. СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ В ОБРАЗЦАХ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ В ВИДЕ МОНОЛИТНЫХ КУСКОВ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ЗОЛОТА, ПАЛЛАДИЯ, ИРИДИЯ И ЖЕЛЕЗА от 0,01 до 0,20%)

3.1. Сущность метода

Метод основан на возбуждении спектра разрядом дуги переменного тока в измерении интенсивности линий примесей. Связь интенсивности с концентрацией устанавливают градуировкой при помощи стандартных образцов. В качестве одного из электродов применяют монолитный кусок.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 2.2.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Образцы для анализа должны быть в виде куска произвольной формы массой не менее 50 г с площадкой размером 300—400 мм². Для удаления поверхностных загрязнений образцы кипятят в соляной кислоте (1:1) в течение 3 мин, промывают водой и сушат.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Спектры фотографируют на спектрографе средней дисперсии при ширине щели 0,01 мм, межэлектродном промежутке 1,5 мм, времени экспозиции 30 с. Источник света — дуговой разряд переменного тока силой 5 А.

Куски анализируемых и стандартных образцов служат нижними электродами. В качестве верхних электродов применяют

стандартные угли, заточенные на усеченный конус с площадкой диаметром 1—2 мм.

Спектры фотографируют через трехступенчатый ослабитель на фотопластинку типа П. При фотометрировании выбирают ступеньку с оптимальными почернениями аналитических линий.

Для каждого стандартного образца получают по две параллельных спектрограммы, для каждого анализируемого образца — по три.

Фотопластинку проявляют в течение 3—6 мин при температуре проявителя 20°C. Проявленную фотопластинку ополаскивают в воде, фиксируют, промывают в проточной воде. высушивают и фотометрируют.

3.5. Обработка результатов — по п. 2.5.

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *Е. И. Морозова*

Изменение № 1 ГОСТ 12556.2—82 Сплавы платино-родиевые. Методы спектрального анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.06.88 № 1730

Дата введения 01.01.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 22864—77 на ГОСТ 22864—83

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «1.2. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и нормируемый показатель марочного состава».

(Продолжение см. с. 84)

(Продолжение изменения к ГОСТ 12556.2—82)

Пункт 2.2. Двенадцатый абзац после слов «типа II» дополнить словами: «или ЭС»;

пятнадцатый абзац. Исключить ссылки: ГОСТ 10691.0—73, ГОСТ 10691.1—73.

Пункт 2.4.1. Третий абзац. Заменить значение: 60 на 45—60; дополнить словами: «или ЭС».

Пункт 3.4.1. Второй абзац после слов «заточенные на» дополнить словами: «полусферу или».

(ИУС № 9 1988 г.)