

СПЛАВЫ ЗОЛОТО-ПЛАТИНОВЫЕ

Методы спектрального анализа

Alloys gold-platinum.
Methods of spectral analysis

ГОСТ
12562.2—82

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.84

Настоящий стандарт устанавливает метод спектрального определения палладия, иридия, родия, железа и свинца в золото-платиновых сплавах (при массовой доле палладия, иридия, родия, железа от 0,001 до 0,2 % каждого и свинца от 0,001 до 0,02 %).

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 массовой долей примеси устанавливают градуировкой при помощи стандартных образцов.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и нормируемый показатель марочного состава.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Спектрограф дифракционный большой дисперсии.

Ослабитель трехступенчатый.

Генератор дуги переменного тока.

Микрофотометр.

Стандартные образцы предприятия.

Электроды угольные, изготовленные из спектрально-чистых углей марки С-2 или ОСЧ-7—3.

Фотопластинки спектральные типа П, чувствительностью 10 — 15 условных единиц.

Станок для заточки угольных электродов.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1.

Проявитель и фиксаж.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Образцы для анализа должны быть в виде ленты, проволоки 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.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Спектры фотографируют на спектрографе большой дисперсии при ширине щели 0,02 мм и трехлинзовой системе освещения, расстоянии между электродами 2,5 мм, силе тока 4 А, времени экспозиции 40 — 60 с через трехступенчатый ослабитель.

В качестве электродов применяют спектральные угли диаметром 6 мм. Нижний электрод фигурный с миллиметровым углублением. В углублении помещают навеску анализируемого или стандартного образца массой 0,1 г. Для верхних электродов применяют угли, заточенные на полу-сферу или на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5 мм.

Вместе с анализируемыми образцами на одной фотопластинке фотографируют спектры стандартных образцов анализируемой марки сплава.

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

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

Таблица 1

Определяемый элемент	Длина волны линии определяемого элемента, нм	Элемент сравнения	Длина волны линии элемента сравнения, нм
Палладий	342,12	Золото	319,47
Иридий	313,33		319,47
Родий	339,68		319,47
Железо	259,84		259,00
Железо	259,94		268,87
Свинец	280,20		268,87

Определение массовых долей элементов ведут по методу «трех эталонов» с объективным фотометрированием.

Строят градуировочные графики для каждого определяемого элемента, на оси ординат откладывают значения разности почернений линии определяемого элемента и элемента сравнения, 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.

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

Таблица 2

Массовая доля примесей, %	Значение стандартного отклонения S , %
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

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

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 ($n = 3$).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А.А. Куранов, Г.С. Хаяк, Н.Д. Сергиенко, Н.С. Степанова, Л.Д. Бедрин, Т.И.Беляева,
Е.Е. Сафонова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.09.82 № 3864

3. ВЗАМЕН ГОСТ 12562—67 в части разд. 3

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 22864—83	1.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1988 г. (ИУС 10—88)

Редактор *Т.А. Леонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 21.04.99. Подписано в печать 13.05.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,53
Тираж 117 экз. С. 2808. Зак. 395.