

ГОСТ 12556.2-82

Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-РОДИЕВЫЕ

Методы спектрального анализа

Alloys platinum-rhodium. Methods of spectral analysis

ОКСТУ 1709*

* Введено дополнительно, [Изм. N 1](#).

Срок действия с 01.01.84
до 01.01.89*

* Ограничение срока действия снято
по протоколу N 3-93 Межгосударственного Совета
по стандартизации, метрологии и сертификации
(ИУС N 5/6, 1993 год). - Примечание изготовителя базы данных.

РАЗРАБОТАН Министерством цветной металлургии СССР
ИСПОЛНИТЕЛИ

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

ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

Зам. министра В.В.Бородай

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного Комитета СССР по стандартам от 30 сентября 1982 г. N 3865

ВЗАМЕН [ГОСТ 12556-67](#) в части разд.3

ВНЕСЕНО [Изменение N 1](#), утвержденное и введенное в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.06.88 N 1730 с 01.01.89

Изменение N 1 внесено изготовителем базы данных по тексту ИУС N 9, 1988 год

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 22864-83](#).
(Измененная редакция, [Изм. N 1](#)).

1.2. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и нормируемый показатель марочного состава.
(Введен дополнительно, [Изм. N 1](#)).

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 или ЭС, чувствительностью 10-15 условных единиц.

Станок для заточки угольных электродов.

Кислота соляная по [ГОСТ 3118-77](#), разбавленная 1:1.

Проявитель и фиксаж.

(Измененная редакция, [Изм. N 1](#)).

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. 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.

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 45-60 с через трехступенчатый ослабитель на фотопластинку типа II или ЭС.

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 °С. Проявленную фотопластинку ополаскивают в воде, фиксируют, промывают в проточной воде, высушивают и фотометрируют.

(Измененная редакция, [Изм. N 1](#)).

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, 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:

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

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 полусферу или усеченный конус с площадкой диаметром 1-2 мм.

Спектры фотографируют через трехступенчатый ослабитель на фотопластинку типа II. 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 °С. Проявленную фотопластинку ополаскивают в воде, фиксируют, промывают в проточной воде, высушивают и фотометрируют.

(Измененная редакция, [Изм. N 1](#)).

3.5. Обработка результатов - по п.2.5.

ГОСТ применим к оборудованию радиографического контроля