

## СПЛАВЫ ПЛАТИНО-МЕДНЫЕ

## Методы спектрального анализа

Alloys platinum-copper,  
Methods of spectral analysisГОСТ  
12551.2—82Взамен  
ГОСТ 12551—67  
в части разд. 3

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 сентября 1982 г. № 3866 срок действия установлен

с 01.01.84  
до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает метод спектрального определения родия, иридия, золота, палладия и железа в платино-медных сплавах (при массовой доле родия и иридия от 0,02 до 0,20% каждого, золота и палладия от 0,005 до 0,100% каждого и железа от 0,01 до 0,10%).

Метод основан на измерении интенсивности линий примесей в дуговом спектре. Количественную оценку концентрации примесей устанавливают градуировкой при помощи стандартных образцов.

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

### 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии.

Генератор дуги переменного тока.

Ослабитель трехступенчатый.

Микрофотометр.

Зажимы (электрододержатели), снабженные водяным охлаждением.

Стандартные образцы предприятия.

Печь для выплавки корольков.

Графитовые тигли для выплавки корольков.

Серебро по ГОСТ 6836—80 марки 999,9.

Фотопластинки спектральные типа II чувствительностью 10—15 условных единиц.

Проявитель № 1 фиксаж по ГОСТ 10691.0—73, ГОСТ 10691.1—73.

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

Смесь азотной и соляной кислот с водой в соотношении 1 : 4 : 10.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Образцы для анализа должны быть в виде ленты или стружки.

Для удаления поверхностных загрязнений образцы помещают в стакан, заливают соляной кислотой (1 : 1), кипятят 2 мин, промывают водой и сушат.

3.2. Для получения королек стандартных и анализируемых образцов навеску массой 1,6 г (при массовой доле меди от 2,0 до 3,0%) и 1,5 г (при массовой доле меди от 8,0 до 9,0%) по две для каждого помещают в графитовые тигли, добавляют соответственно по 0,4 или 0,5 г серебра и плавят.

Охлажденные корольки отжимают на прессе или проковывают до диаметра 10 мм, помещают в стаканы, заливают смесью кислот, нагревают до слабого окрашивания раствора, промывают водой и сушат.

Расплющенные корольки служат электродами при анализе.

### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Фотографирование спектров проводят при ширине щели спектрографа 0,02 мм, расстоянии между электродами 1,5 мм, силе тока 5 А, экспозиции 30 с. Корольки устанавливают в зажимы, снабженные водяным охлаждением.

Спектры фотографируют через трехступенчатый ослабитель на фотопластинку типа II.

Для каждого стандартного и анализируемого образца получают по три спектрограммы.

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

### 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Длины волн аналитических спектральных линий приведены в таблице.

Определяемый элемент	Длина волны линии определяемого элемента, нм	Элемент сравнения	Длина волны линии элемента сравнения, нм
Родий	365,80	Платина	366,31
Палладий	355,31		348,34
Иридий	269,42		267,46
Золото	267,59		267,46
Железо	259,96		267,46

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.

5.3. Сходимость метода характеризуется относительным стандартным отклонением  $S$ , равным 0,15.

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

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

где  $X_{\max}$  — наибольший результат параллельных измерений;

$X_{\min}$  — наименьший результат параллельных измерений;

$S$  — относительное стандартное отклонение, характеризующее сходимость измерений;

$\overline{X}_n$  — среднее арифметическое, вычисленное из  $n$  параллельных измерений ( $n=3$ ).