

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
**РАБОЧИЙ  
 ЭКЗЕМПЛЯР**

**СПЛАВЫ ПЛАТИНО-НИКЕЛЕВЫЕ****Метод спектрального анализа**

**ГОСТ**  
**12552.2—77**

Platinum-nickel alloys. Method of spectral of analysis

**Взамен**  
**ГОСТ 12552—67 в части**  
**разд. 3**

**Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР**  
**от 27 декабря 1977 г. № 3069 срок действия установлен**

**с 01.01. 1979 г.**  
**до 01.01. 1984 г.**

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения иридия, палладия, родия, золота и железа (при массовой доле иридия и родия от 0,02 до 0,20%, палладия и золота от 0,005 до 0,10% 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 контрольных образцов в виде корольков из сплава платина-никель-серебро.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

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

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Кварцевый спектрограф средней дисперсии.  
 Генератор активизированной дуги переменного тока.  
 Микрофотометр.  
 Печь для выплавки корольков.  
 Графитовые тигли для плавки корольков.  
 Весы лабораторные рычажные по ГОСТ 19491—74.  
 Серебро марки 999,9 по ГОСТ 6836—72.  
 Контрольные образцы.

Зажимы (электрододержатели) с принудительным охлаждением.

Фотопластинки спектральные типа II чувствительностью 10—15 основных единиц.

Трехступенчатый ослабитель.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь кислот, состоящая из одного объема азотной кислоты, четырех объемов соляной кислоты и десяти объемов воды

### **3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ**

3.1. Для удаления поверхностных загрязнений образцы помещают в стаканы, заливают соляной кислотой, разбавленной 1:1, кипятят 2 мин, промывают водой и сушат.

3.2. Для получения корольков контрольных и анализируемых образцов навеску в виде ленты или стружки массой 1,6 г (по две для каждого) помещают в графитовые гилли, добавляют по 0,4 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**

Фотографирование спектров производят при ширине щели спектрографа 0,015 мм, расстоянии между электродами разрядного контура, при котором в каждый полупериод тока проходит один или два разряда, и времени экспозиции 30 с. Образцы устанавливают в зажимы, снабженные водяным охлаждением.

Спектры контрольных и анализируемых образцов фотографируют через трехступенчатый ослабитель на фотопластинку СП-11. Для каждого образца получают три спектра.

Фотопластинки проявляют в течение 3 мин при температуре проявителя 18—20°C.

Проявленную фотопластинку ополаскивают в воде, фиксируют, тщательно промывают в проточной воде в течение 10 мин, высушивают и фотометрируют.

### **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
Родий	365,80	Платина	366,31
Палладий	355,31	То же	348,34
Иридий	269,42	»	267,46
Золото	267,59	»	267,46
Железо	259,96	»	267,46

Концентрации примесей определяют методом «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 логарифма концентрации контрольных образцов.

При помощи градуировочного графика по известным значениям разности почернений находят концентрации примесей в анализируемой пробе.

5.2. Относительные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности  $p=0.95$  не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля, %	Относительные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,03	15
Св. 0,03 » 0,20	10