

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**СПЛАВЫ ПАЛЛАДИЕВО-ИРИДИЕВЫЕ**

Методы спектрального анализа

**ГОСТ
12550.2—82**Palladium-iridium alloys.
Methods of spectrographic analysis

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.84

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения платины, родия, золота и железа в палладиево-иридиевых сплавах (при массовой доле платины и родия от 0,02 до 0,40 % каждого, золота от 0,01 до 0,20 % и железа от 0,02 до 0,20 %).

Метод основан на измерении интенсивности линий примесей в дуговом спектре. Количественную оценку массовой доли примесей 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.

(Введен дополнительно, Изм. №1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии.

Генератор дуги переменного тока.

Ослабитель трехступенчатый.

Микрофотометр.

Зажимы (электрододержатели).

Стандартные образцы предприятия.

Электроды, изготовленные из спектрально-чистых углей диаметром 6 мм, заточенные на полусферу или усеченный конус с площадкой диаметром 1,5 — 2 мм.

Станок для заточки угольных электродов.

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

Проявитель № 1 и фиксаж.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1: 1.

(Измененная редакция, Изм. №1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Образцы для анализа должны быть в виде кусков металла массой 40 — 70 г, с площадкой размером 300 — 400 мм², зачищенной напильником.

Поверхность образцов для удаления поверхностных загрязнений кипятят в соляной кислоте (1:1) в течение 3 мин, промывают водой и сушат.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Спектры фотографируют при ширине щели спектрографа 0,015 мм, расстоянии между электродами 1,5 мм, силе тока 5А, экспозиции 30 с, через трехступенчатый ослабитель

Анализируемые и стандартные образцы служат нижними электродами. В качестве верхних электродов применяют угольные стержни, заточенные на полусферу или усеченный конус

Вместе с анализируемыми образцами на одной фотопластинке фотографируют спектры стандартных образцов

Для каждого анализируемого и стандартного образца получают три параллельных спектрограммы

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. №1).

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	339,68	Иридий	333,42
Платина	270,24		270,46
Железо	259,84		260,82
Золото	267,59		267,36

Определение массовых долей элементов ведут по методу “трех эталонов” с объективным фотометрированием. Строят градуировочные графики для каждого определяемого элемента. По оси ординат откладывают значения разности почернений линии определяемого и основного элемента, а по оси абсцисс — значения логарифмов концентрации стандартных образцов

5.2 Сходимость метода характеризуется относительным стандартным отклонением S_N , равным 0,15

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

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

где X_{\max} — наибольший результат параллельных измерений,

X_{\min} — наименьший результат параллельных измерений,

S_N — относительное стандартное отклонение, характеризующее сходимость измерений,

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