

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-РОДИЕВЫЕ**ГОСТ
12556.1-82****Метод определения родия**

Alloys platinum-rhodium.
Method for the determination of rhodium

Взамен
ГОСТ 12556-67
в части разд. 2

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 сентября 1982 г. № 3865 срок действия установлен

с 01.01.84
до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод определения родия в платино-родиевых сплавах (при массовой доле родия от 4,5 до 40,5%).

Метод основан на измерении светопоглощения комплексного хлорида родия в солянокислом растворе в присутствии восстановителя — солянокислого гидроксилamina.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр УФ — видимый, типа СФ-16.

Электродпечь индукционная плавильная по ГОСТ 10487-75.

Тигли фарфоровые № 4 по ГОСТ 9147-73.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157-79.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77 и разбавленная 1:1, 1:6.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

Смесь азотной и соляной кислот в соотношении 1:3.

Гидроксилamin гидрохлорид по ГОСТ 5456-79, 10%-ный раствор.

Платина по ГОСТ 13498-79 марки Пл 99,93.



Никель по ГОСТ 9722—79.

Родий по ГОСТ 13098—67 марки Рд 99,9.

Стандартный раствор родия: две пластины родия (длиной 100 мм, шириной 30—40 мм, толщиной 1 мм) взвешивают, закрепляют в зажимы установки для электролитического растворения и погружают в соляную кислоту (1:1).

Растворение ведут переменным током при напряжении 12—15 В, плотности тока 0,65 А/см² в течение 2 ч. Для сохранения первоначального объема (300 см³) в стакан периодически добавляют свежие порции соляной кислоты. После растворения ток выключают, пластины отвинчивают, промывают водой, просушивают и взвешивают. Раствор выпаривают до 150 см³, охлаждают и фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Нерастворимый остаток прокаливают в тарированном тигле, восстанавливают в токе водорода и взвешивают.

Массу родия (X) в граммах, содержащуюся в 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m - m_1 - m_2}{500}$$

где m — масса пластин до растворения, г;

m_1 — масса пластин после растворения, г;

m_2 — масса нерастворимого остатка, г.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Метод химического растворения сплава (при массовой доле родия до 15,0%)

Навеску сплава массой 2,5 г растворяют при нагревании в 100 см³ смеси кислот. Раствор выпаривают до ~5 см³ и переводят в солянокислый двукратным упариванием с 10 см³ соляной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки соляной кислотой (1:6) и перемешивают.

3.2. Метод перевода сплава в раствор сплавлением с никелем (при массовой доле родия свыше 15,0%)

Навеску сплава массой 1,0 г мелко нарезают, помещают в магнетитовый тигель и сплавляют в высокочастотной индукционной печи под защитой аргона с никелем (табл. 1) с последующей закалкой в воде.

Полученный королек тщательно очищают, промывают горячей водой, растворяют при нагревании в 100 см³ смеси кислот и далее проводят анализ по п. 3.1.

3.3. Приготовление стандартного раствора сплава

Навески платины и никеля (см. табл. 1) растворяют в 50—100 см³ смеси кислот, добавляя определенное количество стандартного раствора родия, соответствующее массе родия (см. табл. 1), упаривают до ~5 см³ и далее проводят анализ по п. 3.1.

Таблица 1

| Массовая доля родия в сплаве, % | Масса навески, г | | | |
|---------------------------------|------------------|---------|--------|--------|
| | сплава | платины | родия | никеля |
| 5,0 | 2,5 | 2,3750 | 0,1250 | — |
| 7,0 | 2,5 | 2,3250 | 0,1750 | — |
| 10,0 | 2,5 | 2,2500 | 0,2500 | — |
| 20,0 | 1,0 | 0,8000 | 0,2000 | 0,5 |
| 30,0 | 1,0 | 0,7000 | 0,3000 | 1,0 |
| 40,0 | 1,0 | 0,6000 | 0,4000 | 2,0 |

3.4. Приготовление растворов сравнения

3.4.1. Для сплавов с массовой долей родия до 15,0%

Навеску платины (см. табл. 1) растворяют в 50—100 см³ смеси кислот, упаривают до 5 см³ и далее проводят анализ по пп. 3.1 и 4.1.

3.4.2. Для сплавов с массовой долей родия свыше 15%

Навески платины и никеля (см. табл. 1) растворяют в 50—100 см³ смеси кислот, добавляя определенное количество стандартного раствора родия, соответствующее массе родия (табл. 2), упаривают до 5 см³ и далее проводят анализ по пп. 3.1 и 4.1.

Таблица 2

| Массовая доля родия в сплаве, % | Масса родия в растворе сравнения, г |
|---------------------------------|-------------------------------------|
| 20,0 | 0,100 |
| 30,0 | 0,200 |
| 40,0 | 0,300 |

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В стаканы вместимостью 100 см³ помещают аликвотные части (табл. 3) анализируемого и стандартного раствора сплава, нагревают до 60—70°C и приливают 3 см³ раствора гидроксилamina для восстановления платины. Растворы выдерживают 1 ч, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см³, доводят до