

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-ИРИДИЕВЫЕ

Методы спектрального анализа

Platinum-iridium alloys.
Methods of spectrographic analysis

ГОСТ
12559.2—82

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.84

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения палладия, родия, золота и железа в платино-иридиевых сплавах (при массовой доле палладия, родия, золота и железа от 0,01 до 0,15 % каждого).

Метод основан на измерении интенсивности спектральных линий элементов 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 со следующим дополнением: числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и нормируемый показатель марочного состава.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии.

Генератор дуги переменного тока.

Ослабитель трехступенчатый.

Микрофотометр.

Зажимы (электродержатели).

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 I, чувствительностью 3—6 условных единиц.

Проявитель № 1 и фиксаж.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

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

Поверхность образцов перед проведением анализа очищают от загрязнений кипячением в соляной кислоте (1 : 1) в течение 2 мин с последующей промывкой водой и сушкой.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Спектры фотографируют при ширине щели спектрографа 0,02 мм, расстоянии между электродами 1,5 мм, силе тока 5 А, 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.

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	343,49	Платина	334,39
Палладий	324,27	То же	334,39
Палладий	340,46	»	342,79
Золото	267,59	»	267,46
Железо	259,84	»	267,46
		Иридий	260,20

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 условии

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

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 ($n = 3$).