

СПЛАВЫ СЕРЕБРЯНО-ПЛАТИНОВЫЕ**ГОСТ
12555.2—83****Метод спектрального анализа**Silver-platinum alloys.
Methods of spectral analysis

ОКСТУ 1709

Дата введения **01.07.84**

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения примесей иридия, палладия, родия, золота, железа (при массовой доле каждого от 0,01 до 0,10 %) и свинца (при массовой доле от 0,001 до 0,020 %) в серебряно-платиновых сплавах.

Метод основан на переводе сплава в глобулу (жидкую каплю расплава) и 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 допускаемые расхождения.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрограф средней дисперсии.

Генератор дуги переменного тока.

Ослабитель трехступенчатый.

Микрофотометр.

Образцы стандартные предприятия.

Электроды угольные, изготовленные из спектральночистых углей, марки ОСЧ-7.

Станок токарный настольный для заточки угольных электродов.

Фотопластинки спектральные типа II чувствительностью 10 — 15 условных единиц.

Проявитель 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 ленты или стружки. Для удаления поверхностных загрязнений образцы перед взятием навесок кипятят в соляной кислоте (1 : 1) в течение 2 мин, затем промывают водой и сушат.

В качестве электродов применяют спектральные угли диаметром 6 мм. Нижний электрод — фигурный с миллиметровым углублением в торце, в которое помещают навеску анализируемого или стандартного образца массой 0,10 г. Противозлектродом служит угольный стержень, заточенный на полусферу или усеченный конус с площадкой диаметром 1,5 — 2 мм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Спектры фотографируют при ширине щели спектрографа 0,025 мм, экспозиции 30 с, силе тока 5 А через трехступенчатый ослабитель. Расстояние между электродами 2,5 мм корректируется во время экспозиции по промежуточной диафрагме. Фотопластинка помещается в кассету, отступив 4 см от правого длинноволнового края кассеты.

Для каждого анализируемого и стандартного образца получают по три параллельных определения.

Фотопластинки проявляют при температуре проявителя 18 — 20 °С в течение 6 мин.

Проявленную фотопластинку ополаскивают водой, фиксируют, промывают в проточной воде в течение 10 мин, 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
Палладий	342,12	Платина	315,66
Иридий	313,33	То же	315,66
Родий	343,49	»	315,66
Золото	267,59	»	280,32
Железо	259,94	»	280,32
Свинец	283,31	»	

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 линий определяемого элемента, а по оси абсцисс — значения логарифмов массовых долей 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, равным 0,15.

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

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

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

X_{\min} — наименьший результат параллельных измерений;

S_r — относительное стандартное отклонение, характеризующее сходимость измерений;

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