

УДК 669.215'234:543.42:006.354

Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ЗОЛОТО-ПАЛЛАДИЕВЫЕ

Метод спектрального анализа

Gold-palladium alloys.
Method of spectral analysis

ГОСТ
12563.2—83

Взамен
ГОСТ 12563—67
в части разд. 3

ОКП 17 5350

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1983 г. № 1373 срок действия установлен

с 01.07.84
до 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения содержания примесей платины, иридия, родия, железа и свинца в золото-палладиевых сплавах (при массовой доле платины, иридия, родия от 0,01 до 0,20 % каждого, железа от 0,01 до 0,10 % и свинца от 0,001 до 0,016 %).

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 методам анализа—по ГОСТ 22864—77.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Спектрограф кварцевый большой дисперсии.
Ослабитель трехступенчатый.



Генератор дуги переменного тока.

Микрофотометр.

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

Образцы стандартные предприятия.

Станок настольный токарный для заточки электродов.

Фотопластинки спектральные типа II чувствительностью 10—15 условных единиц.

Проявитель и фиксаж по ГОСТ 10691.0—73, ГОСТ 10691.1—73.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Образцы для анализа должны быть в виде ленты, проволоки или стружки. Для удаления поверхностных загрязнений образцы перед взятием навесок кипятят в соляной кислоте (1 : 1) в течение 2 мин, 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 0,15 г. В качестве верхних электродов применяют угли, заточенные на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5—2 мм.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Спектры фотографируют через трехступенчатый ослабитель при ширине щели спектрографа 0,020—0,025 мм, экспозиции 60 с, силе тока 4 А (для сплавов с массовой долей золота от 70 до 90 %) и 6 А (для сплавов с массовой долей золота от 50 до 70 %). Расстояние между электродами 2,5 мм корректируется во время экспозиции по промежуточной диафрагме. Барабан длин волн устанавливается на 295 нм.

Вместе с анализируемыми образцами на одной фотопластинке фотографируют спектры стандартных образцов. Для каждого анализируемого и стандартного образца получают по три параллельных спектрограммы.

Фотопластинку проявляют при температуре проявителя 18—20 °С в течение 3 мин. Проявленную фотопластинку ополаскивают в воде, фиксируют, промывают в проточной воде, высушивают и фотометрируют.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Длины волн аналитических линий приведены в таблице.

Определяемый элемент	Длина волны линии определяемого элемента, нм	Элемент сравнения	Длина волны линии элемента сравнения, нм
Платина	299,80	Золото	319,47
»	265,94	То же	268,87
Иридий	313,33	»	319,47
Родий	339,68	»	319,47
Железо	259,84	»	259,00
»	259,94	»	268,87
Свинец	280,20	»	268,87

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 и основного элемента, а по оси абсцисс — значения логарифмов концентрации 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 S_r , 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 ($n=3$).

Mr. J. T. Scott, of Ottawa,
has been appointed by the
Government to represent
the Canadian Government
in the Conference on
CCC at St. Louis on Oct. 21, 22, 23, 24.

Mr. C. C. Chapman, of O.C.D.,
will be present on Oct. 22, 23, 24.

Mr. G.

