



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-МЕДНЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 12551.1-82, ГОСТ 12551.2-82

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

**РАЗРАБОТАНЫ Министерством цветной металлургии СССР
ИСПОЛНИТЕЛИ**

**А. А. Куранов, Г. С. Хаяк, Н. С. Степанова, Н. Д. Сергиенко, И. Г. Сажина,
Т. И. Беляева, Е. Б. Сафонова**

ВНЕСЕНЫ Министерством цветной металлургии СССР

Зам. министра В. В. Бородай

**УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государст-
венного Комитета СССР по стандартам от 30 сентября 1982 г.
№ 3866**

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-МЕДНЫЕ

Методы определения меди

Allloys platinum-copper,
Methods for the determination of copper

**ГОСТ
12551.1—82**

Взамен
ГОСТ 12551—67
в части разд. 2

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 сентября 1982 г. № 3866 срок действия установлен

с 01.01.84

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения меди (при массовой доле меди от 2,0 до 3,0% и от 8,0 до 9,0%) в платино-медных сплавах.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа—по ГОСТ 22864—77.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплекса меди с аммиаком, предварительно связывая платину в бесцветный комплекс пиросернистокислым натрием.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Смесь азотной и соляной кислот в соотношении 1:3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:40.

Натрий сернистокислый пиро по ГОСТ 10575—76, свежеприготовленный 25%-ный раствор.

Платина по ГОСТ 13498—79 марки 99,9.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



© Издательство стандартов, 1982

Медь по ГОСТ 859—78 марки МВЧк, М00к или М00б.

Стандартный раствор меди: 0,5000 г меди растворяют в 20 см³ азотной кислоты (1 : 1), нагревают до удаления окислов азота, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Приготовление стандартного раствора сплава

Навеску платины помещают в стакан вместимостью 150 см³, растворяют при нагревании в 10 см³ смеси кислот, вводят стандартный раствор меди и выпаривают примерно до 0,5 см³. Масса навески платины и объем стандартного раствора меди приведены в табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля меди, % | Масса навески платины, г | Объем стандартного раствора меди, см ³ |
|-----------------------|--------------------------|---|
| 2,5 | 0,29 | 2,5 |
| 8,5 | 0,09 | 8,5 |

2.3.2. Определение меди

Пробы сплава поступают для анализа в виде тонкой ленты или стружки толщиной до 0,2 мм.

Навеску сплава массой 0,3 г (при массовой доле меди от 2,0 до 3,0%) или 0,1 г (при массовой доле меди от 8,0 до 9,0%) помещают в стакан вместимостью 150 см³, растворяют при нагревании в 20 см³ смеси кислот и раствор выпаривают до 0,5 см³.

В анализируемый и стандартный растворы сплава прибавляют 10 см³ воды, 10 см³ раствора пироцернистокислого натрия и раствор оставляют на 10 мин. Затем прибавляют 25 см³ водного аммиака, растворы охлаждают и фильтруют в мерные колбы вместимостью 100 см³. Фильтр промывают холодным раствором аммиака (1 : 10). Раствор доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром или на спектрофотометре при длине волны 670 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий платины и меди.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{D_1 \cdot C}{D_2},$$

где D_1 — оптическая плотность анализируемого раствора;

D_2 — оптическая плотность стандартного раствора сплава;

C — массовая доля меди в стандартном растворе сплава, %.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений с доверительной вероятностью $P=0,95$ не должны превышать 0,15 %.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами меди при введении раствора сплава в воздушно-ацетиленовое пламя.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Лампа с полым катодом, излучающая спектр атомов меди.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и 3%-ный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь азотной и соляной кислот в соотношении 1 : 3.

Медь по ГОСТ 859—78 марки МВЧк, М00к или М00б.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 0,5000 г меди растворяют в 10 см³ смеси кислот, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки 3%-ным раствором соляной кислоты и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг меди.

Платина по ГОСТ 13498—79 марки 99,9.

Стандартные растворы платины.

Раствор А: 1,0000 г платины растворяют при нагревании в 30 см³ смеси кислот, выпаривают до 5 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки 3%-ным раствором соляной кислоты и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 10 мг платины.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки 3%-ным раствором соляной кислоты и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 1 мг платины.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску сплава массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 20 см³ смеси кислот. Раствор выпаривают до 5 см³, переносят в мерную колбу (табл. 2), доливают до метки 3%-ным раствором соляной кислоты и перемешивают.

Таблица 2

| Массовая доля меди, % | Объем мерной колбы, см ³ | Объем аликвотной части, см ³ |
|-----------------------|-------------------------------------|---|
| От 2,0 до 3,0 | 100 | 10 |
| • 8,0 • 9,0 | 200 | 5 |

Из мерной колбы отбирают аликовтную часть (см. табл. 2), помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки 3%-ным раствором соляной кислоты и перемешивают.

Одновременно в мерной колбе вместимостью 100 см³ готовят стандартный раствор сплава с концентрацией меди 5 мг/см³ для сплавов с массовой долей меди от 2,0 до 3,0% или 4,25 мг/см³ для сплавов с массовой долей меди от 8,0 до 9% меди (табл. 3).

Таблица 3

| Содержание меди в стандартном растворе сплава, мг/см ³ | Объем стандартного раствора Б меди, см ³ | Объем стандартного раствора Б платины, см ³ |
|---|--|--|
| 5,00 | 5,00 | 19,50 |
| 4,25 | 4,25 | 4,60 |

Анализируемый и стандартный растворы сплава распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию при длине волны 324,7 нм, установке щели 4 (0,7 нм), токе лампы 25 мА.

Расход воздуха и ацетиlena регулируют получением максимальной абсорбции стандартного раствора сплава.

3.4. Обработка результатов — по п. 2.4.

3.4.1. Метод применяют при разногласиях в оценке качества сплавов.

Изменение № 1 ГОСТ 12551.1—82 Сплавы платино-медные. Методы определения меди

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.04.88 № 1085

Дата введения 01.01.89

Под наименованием стандарта проставить код ОКСТУ 1709.

По всему тексту (пп. 3.2, 3.3) заменить слова «3 %-ный раствором соляной кислоты» на «раствором соляной кислоты с массовой долей 3 %».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 22864—77 на ГОСТ 22964—83.

Раздел I дополнить пунктом — 1.2: «1.2. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и нормируемый показатель марочного состава».

Пункт 2.2. Шестой абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 10575—76;

заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %».

Пункт 2.4.2 после слов «параллельных определений» дополнить словами: «(d — показатель сходимости)»;

(Продолжение см. с. 68)

(Продолжение изменения к ГОСТ 12551.1—82)

дополнить абзацем: «Абсолютные расхождения средних результатов определений полученных в двух различных лабораториях (D — показатель воспроизводимости) не должны превышать 0,25 %».

Раздел 2 дополнить пунктом 2.4.3: «2.4.3. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов определения массовой доли меди проводится воспроизведением ее массовой доли в искусственной смеси химического состава, близкого составу анализируемого сплава, проведенной через весь ход анализа.

Результаты анализа проб считаются точными, если абсолютная разность максимального и минимального значений массовых долей меди в искусственной смеси не превышает 0,05 % при массовой доле меди от 2,0 до 3,0 % и 0,09 %^{12551.1-82} — при массовой доле меди от 8,0 до 9,0 %».

Пункт 3.2. Третий абзац. Заменить слова: «3 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 3 %»;

Раздел 3 дополнить пунктом 3.4.2: «3.4.2. Контроль правильности результатов анализа — по п. 2.4.3».