

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 П 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 ($n=3$).

Изменение № 1 ГОСТ 12563.2—83 Сплавы золото-палладиевые. Метод спектрального анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.11.88 № 3759

Дата введения 01 07.89

Под наименованием стандарта проставить код ОКСТУ 1709

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

(Продолжение см с 70)

(Продолжение изменения к ГОСТ 12563 2—83)

Раздел 1 дополнить пунктом — 1 2. «1 2. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и допускаемые расхождения».

Раздел 2 Исключить ссылки ГОСТ 10691 0—73, ГОСТ 10691 1—73

Раздел 3 Второй абзац Заменить значение 0,15 г на 0,10—0,15 г, после слов «заключенные на» дополнить словами «полусферу или»

Раздел 4 Первый абзац Заменить значение: 60 с на 40—60 с

(ИУС № 2 1989 г)