УДК 669.234.5'22'25 : 543.42 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ПАЛЛАДИЕВО-СЕРЕБРЯНО-КОБАЛЬТОВЫЕ

Метод спектрального анализа

Palladium-silver-cobalt. Method of spectral analysis

ГОСТ 12560.2—78

Взамен
ГОСТ 12560—67
в части разд. 4

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 марта 1978 г. № 794 срок действия установлен

с 01.07. 1979 г.
до 01.07. 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения содержания платины, иридия, родия, железа, золота, висмута и свинца (при массовой доле платины, иридия, родия, железа и золота от 0,01 до 0,20%, висмута и свинца от 0,001 до 0,04%) в палладиево-серебряно-кобальтовых сплавах.

Метод основан на переведении материала пробы в глобулу (жидкую каплю расплава) и фотографировании ее спектра в дуговом разряде. Связь интенсивности спектральной линии с концентрацией примеси устанавливают градуировкой при помощи системы контрольных образцов.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрограф дифракционный большой дисперсии с решеткой 600 или 1200 штр. мм.

Генератор активизированной дуги переменного тока типа ДГ-2.

Микрофотометр типа МФ-3.

Весы лабораторные рычажные по ГОСТ 19491—74.

Электроды угольные спектрально-чистые марки С-2 диаметром 6 мм.

Станок для заточки угольных электродов.

gost.e-ecolog.ru

Фотопластинки спектральные типа II, чувствительностью 10—15 единиц.

Контрольные образцы.

Проявитель № 1 и фиксаж по ГОСТ 10691.0—73, ГОСТ 10691.1—73.

Соляная кислота по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Для удаления поверхностных загрязнений пробу кипятят в соляной кислоте, разбавленной 1 : 1, в течение 2 мин, промывают водой и сушат.

От каждой пробы берут не менее трех навесок массой по 0,2 г.

В качестве электродов применяют спектральные угли диаметром 6 мм. Нижний электрод в виде рюмки с миллиметровым углублением, в которое помещают пробу. Противоэлектродом служит угольный стержень, заточенный на усеченный конус с площадкой 1—2 мм.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Спектры фотографируют при ширине спектрографа 0,025 мм на фотопластинку типа II через трехступенчатый ослабитель с примерной пропускаемостью ступеней 100, 40 и 10%, при экспозиции 60 с и силе тока 8 А.

Освещение щели осуществляют через трехлинзовый конденсор с диафрагмой на средней линзе высотой 5 мм. Корректировку межэлектродного промежутка производят непрерывно в течение всей экспозиции по увеличенному изображению дуги на экране промежуточной диафрагмы.

Вместе с пробами на одной фотопластинке фотографируют спектры контрольных образцов анализируемой марки сплава. Для каждой пробы и контрольного образца получают 2—3 параллельных спектрограммы.

Проявление и фиксирование фотопластинок — по ГОСТ 10691.0—73.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Длины волн аналитических спектральных линий приведены в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Длина волны определяемого элемента, нм	Длина волны элемента сравнения, нм
Платина	299,80	Фон в длинноволновую сторону
Родий	332,31	То же
Иридий	313,33	Фон в коротковолновую сторону
Золото	312,28	Фон в длинноволновую сторону
Свинец	283,31	То же
Висмут	306,77	»
Железо	283,24	Кобальт—283,39

Концентрации примесей определяют методом трех эталонов с объективным фотометрированием. Строят градуировочные графики для каждого определяемого элемента. По оси ординат откладывают значения разности почернений линии примеси и фона, а по оси абсцисс — значения логарифмов концентрации контрольных образцов.

При помощи градуировочного графика по известным значениям разности почернений находят концентрации примесей в анализируемой пробе.

5.2. Относительные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Интервал концентраций, %	Относительные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,03	15
Св. 0,03 „ 0,20	10

Изменение № 1 ГОСТ 12560.2—78 Сплавы палладиево-серебряно-кобальтовые. Метод спектрального анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.11.88 № 3814

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить слова: «концентрация» на «массовая доля», «контрольные» на «стандартные».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 22864—77 на ГОСТ 22864—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. Второй—пятый абзацы изложить в новой редакции: «Генератор дуги переменного тока типа ИВС-28.

Нерегистрирующий микрофотометр.

Весы аналитические.

Электроды угольные спектрально-чистые марки С-2 или ОСЧ-7—3 диаметром 6 мм»;

восьмой абзац. Заменить слова: «контрольные образцы» «на стандартные образцы предприятия»;

девятый абзац. Исключить слова: «по ГОСТ 10691.0—73, ГОСТ 10691.1—73»;

раздел 2 дополнить абзацем (после второго): «Трехступенчатый ослабитель».

Пункт 3.1. Второй абзац. Заменить значение: 0,2 на 0,1—0,2;

третий абзац после слов «заточенный на» дополнить словами: «полусферу или»; заменить значение: 1—2 на 1,5—2.

(Продолжение изменения к ГОСТ 12560.2—78)

Пункт 4.1. Первый абзац. Исключить слова: «с примерной пропускаемостью ступеней 100, 40 и 10 %»; заменить значение: 60 на 40—60; заменить ссылку: ГОСТ 10691.0—73 на ГОСТ 10691.0—84.

(ИУС № 2 1989 г.)

gost.e-ecolog.ru