

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-РУТЕНИЕВЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 12554.1—83, ГОСТ 12554.2—83

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Министерством цветной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

А. А. Куранов, Г. С. Хаяк, Н. С. Степанова, Н. Д. Сергиенко, Т. И. Беляева

ВНЕСЕНЫ Министерством цветной металлургии СССР

Член Коллегии **А. П. Снурников**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1983 г. № 1372

УДК 669.231'236:546.96.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-РУТЕНИЕВЫЕ

Метод определения рутения

Platinum-ruthenium alloys.
Method for the determination of ruthenium

ГОСТ 12554.1—83

Взамен ГОСТ 12554—67 в части разд. 2

ОКП 17 5000

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1983 г. № 1372 срок действия установлен

с 01.07. 84
до 01.07. 89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения рутения в платино-рутениевых сплавах (при массовой доле рутения до 12,0 %).

Метод основан на измерении светопоглощения окрашенного комплексного соединения рутения с тиомочевиной в солянокислой среде в присутствии платины.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56М.

Установка для электролитического растворения (чертеж).

Электрододержатели из сплава платины с 25 % иридия.

Трансформатор.

Весы лабораторные общего назначения и образцовые по ГОСТ 24104—80.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1983

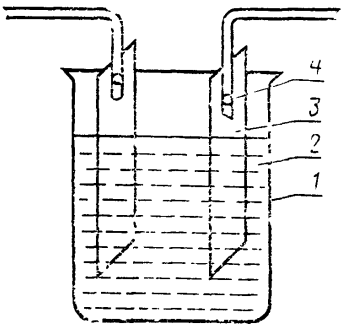
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 6 М и 0,4 М растворы.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—75, 1 М раствор.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299—78.

Колбы мерные лабораторные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 250 см³.

Стаканы стеклянные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100, 200 см³.



1—стеклянный стакан; *2*—раствор электролита (6 М раствор соляной кислоты); *3*—электроды; *4*—зажимы (электрододержатели)

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Образцы анализируемого и стандартного сплава должны быть в виде пластин длиной 80 мм, шириной 30—40 мм и толщиной 0,3 мм. Поверхность пластин для удаления поверхностных загрязнений протирают спиртом.

В качестве стандартного используют многократно проанализированный гравиметрическим методом сплав, близкий по содержанию компонентов к анализируемому.

Две пластины анализируемого или стандартного сплава взвешивают, закрепляют в зажимы установки для электролитического растворения (см. чертеж) и погружают в стакан с 200 см³ 6 М раствора соляной кислоты. Растворение ведут переменным током при напряжении 12—15 В, плотности тока 0,65 А/см² в течение 20—25 мин.

После растворения ток выключают, пластины отвинчивают, промывают водой, просушивают и взвешивают.

Растворы анализируемого и стандартного сплава переносят в мерные колбы вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Массу сплава (X) в 1 см³ основного раствора вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{250},$$

где m_1 — масса пластин до растворения, г;

m_2 — масса пластин после растворения, г.

Из основных растворов анализируемого и стандартного сплава готовят по 100 см³ разбавленных растворов с содержанием сплава $1 \cdot 10^{-3}$ г/см³. Необходимую для этого аликвотную часть основного раствора (X_1) вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0{,}001 \cdot 100}{m},$$

где m — масса сплава в 1 см³ основного раствора, г.

Рассчитанную аликвотную часть основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки 0,4 М раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В стаканы вместимостью 100 см³ берут аликвотные части по 20 см³ разбавленных растворов анализируемого и стандартного сплава (что соответствует массе сплава 0,02 г).

В эти растворы добавляют по 40 см³ 0,4 М раствора соляной кислоты, по 10 см³ 1 М раствора тиомочевины и нагревают на водяной бане при 50—60 °С в течение 15 мин.

Охлажденные растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³, доводят до метки 0,4 М раствором соляной кислоты, тщательно перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре при длине волны $\lambda = 600$ нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 5—10 мм по сравнению с нулевым раствором, которым служит 0,4 М раствор соляной кислоты.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю рутения (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{A_1 \cdot C}{A_2},$$

где A_1 — оптическая плотность раствора анализируемого сплава;

A_2 — оптическая плотность раствора стандартного сплава;

C — массовая доля рутения в растворе стандартного сплава, %.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов наибольшего и наименьшего параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать 0,20 %.

Группа В59

Изменение № 1 ГОСТ 12554.1—83 Сплавы платино-рутениевые. Метод определения рутения

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.09.88 № 3212

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

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».

(Продолжение см. с. 78)

(Продолжение изменения к ГОСТ 12554.1—83)

Раздел 2. Заменить слова и ссылку: «6М и 0,4М растворы» на «растворы концентрации 6 и 0,4 моль/дм³», «1М раствор» на «раствор концентрации 1 моль/дм³», ГОСТ 6344—75 на ГОСТ 6344—73.

Раздел 3. Третий абзац. Заменить слова: «6М раствора» на «раствора концентрации 6 моль/дм³»;

восьмой абзац. Заменить слова: «0,4М раствором» на «раствором концентрации 0,4 моль/дм³».

Раздел 4. Заменить слова: «0,4М раствора» на «раствора концентрации 0,4 моль/дм³» (3 раза), «1М раствора» на «раствора концентрации 1 моль/дм³».

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5.2. Разность между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютного значения допускаемого расхождения $d=0,20$ %.

(Продолжение см. с. 79)

(Продолжение изменения к ГОСТ 12554.1—83)

Разность двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных в разных лабораториях, не должна превышать абсолютного значения допускаемого расхождения $D=0,32$ %».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.3: «5.3. Контроль точности результатов определения массовой доли рутения проводится воспроизведением его массовой

(Продолжение см. с. 80)

(Продолжение изменения к ГОСТ 12554.1—83)

доли в искусственной смеси химического состава, близкого составу анализируемого сплава, проведенной через весь ход анализа.

Результаты анализа проб считаются точными, если абсолютная разность наибольшего и наименьшего значений массовой доли рутения в искусственной смеси не превышает 0,16 %».

(ИУС № 1 1989 г.)

gost.e-ecolog.ru