

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-МЕДНЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 12551.1—82, ГОСТ 12551.2—82

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, 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 Государственного Комитета СССР по стандартам от 30 сентября 1982 г. № 3866

УДК 669.231.5'3:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-МЕДНЫЕ

Методы определения меди

Alloys 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, см³
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 пиросернистокислого 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, см³	Объем аликвотной части, см³
От 2,0 до 3,0	100	10
» 8,0 » 9,0	200	5

Из мерной колбы отбирают аликвотную 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/см³	Объем стандартного раствора Б меди, см³	Объем стандартного раствора Б платины, см³
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 ацетилена 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 %-ным раствором соляной кислоты» на «раствором соляной кислоты с массовой долей 3 %».

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 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 % — 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 %»;

gost.e-ecolog.ru

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

(ИУС № 7 1988 г.)