



+

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

GOST
СТАНДАРТЫ

ГОСТ 12551.1-82, Сплавы платино-медные. Методы определения меди
Alloys platinum-copper. Methods for the determination of copper

РАЗРАБОТАНЫ МИНИСТРОМ ИСПОЛНИТЕЛИ

А. А. Куранов, Г. С.
Т. М. Белая, Е. Б. Б.

ВНЕСЕНЫ МИНИСТРОМ

Зам. министра В. В.

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕ ВЕННОГО КОМИТЕТА № 3866

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-МЕДНЫЕ

Методы определения меди

Alloys platinum-copper,
Methods for the determination of copperГОСТ
12551.1-82Взамен
ГОСТ 12551-67
в части разд. 1

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 пиросульфидным 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

1

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	0,20	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 пироксернистокислого 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 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/см ³	Объем стандартного раствора B меди, см ³	Объем стандартного раствора B 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 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. ния меди

Утверждено и введено в дей-
СССР по стандартам от 20.04.8

Под наименованием стандар-
По всему тексту (оп. 3.2,
кислоты» на «раствором соляно-

Пункт 1.1. Заменить «сыл-

Раздел I дополнить пункт-
лнзе должно оканчиваться ин-
затель марочного состава».

Пункт 2.2. Шестой абзац. I
заменить слов: «25 %-ны

Пункт 2.4.2 после слов
«(d — показатель сходимости)

дополнить абзацем: «Абсолютные значения, полученные в двух раз (производительности) не должны превышать».

Раздел 2 дополнить пунктом анализа:

Контроль точности результатов воспроизведением ее массовой доли близкого состава анализируемого.

Результаты анализа проб с максимальной и минимальной смесью не превышает 0,05 % 0,09 % — при массовой доле меди

Пункт 3.2. Третий абзац. За с массовой долей 3 %»:

Раздел 3 дополнить пунктом методов анализа — по п. 2.4.3».

(11)