

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-РОДИЕВЫЕ

Метод определения родия

Alloys platinum-rhodium.
Method for the determination of rhodium

ГОСТ
12556.1-82

Взамен
ГОСТ 12556-67
в части разд. 2

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 сентября 1982 г. № 3865 срок действия установлен

с 01.01.84
до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод определения родия в платино-родиевых сплавах (при массовой доле родия от 4,5 до 40,5%).

Метод основан на измерении светопоглощения комплексного хлорида родия в солянокислом растворе в присутствии восстановителя — солянокислого гидроксиламина.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр УФ — видимый, типа СФ-16.

Электропечь индукционная плавильная по ГОСТ 10487—75.

Тигли фарфоровые № 4 по ГОСТ 9147—73.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157—79.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1, 1:6.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь азотной и соляной кислот в соотношении 1:3.

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, 10%-ный раствор.

Платина по ГОСТ 13498—79 марки Пл 99,93.



Никель по ГОСТ 9722—79.

Родий по ГОСТ 13098—67 марки Рд 99,9.

Стандартный раствор родия: две пластины родия (длиной 100 мм, шириной 30—40 мм, толщиной 1 мм) взвешивают, закрепляют в зажимы установки для электролитического растворения и погружают в соляную кислоту (1:1).

Растворение ведут переменным током при напряжении 12—15 В, плотности тока 0,65 А/см² в течение 2 ч. Для сохранения первоначального объема (300 см³) в стакан периодически добавляют свежие порции соляной кислоты. После растворения ток выключают, пластины отвинчивают, промывают водой, просушивают и взвешивают. Раствор выпаривают до 150 см³, охлаждают и фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Нерастворимый остаток прокаливают в тарированном тигле, восстанавливают в токе водорода и взвешивают.

Массу родия (X) в граммах, содержащуюся в 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m - m_1 - m_2}{500}$$

где m — масса пластин до растворения, г;

m_1 — масса пластин после растворения, г;

m_2 — масса нерастворимого остатка, г.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Метод химического растворения сплава (при массовой доле родия до 15,0%)

Навеску сплава массой 2,5 г растворяют при нагревании в 100 см³ смеси кислот. Раствор выпаривают до ~5 см³ и переводят в солянокислый двукратным упариванием с 10 см³ соляной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки соляной кислотой (1:6) и перемешивают.

3.2. Метод перевода сплава в раствор сплавлением с никелем (при массовой доле родия выше 15,0%)

Навеску сплава массой 1,0 г мелко нарезают, помещают в магнетитовый тигель и сплавляют в высокочастотной индукционной печи под защитой аргона с никелем (табл. 1) с последующей закалкой в воде.

Полученный королек тщательно очищают, промывают горячей водой, растворяют при нагревании в 100 см³ смеси кислот и далее проводят анализ по п. 3.1.

3.3. Приготовление стандартного раствора сплава

Навески платины и никеля (см. табл. 1) растворяют в 50—100 см³ смеси кислот, добавляют определенное количество стандартного раствора родия, соответствующее массе родия (см. табл. 1), упаривают до ~5 см³ и далее проводят анализ по п. 3.1.

Таблица 1

| Массовая доля родия в сплаве, % | Масса навески, г | | | |
|---------------------------------|------------------|---------|--------|--------|
| | сплава | платины | родия | никеля |
| 5,0 | 2,5 | 2,3750 | 0,1250 | — |
| 7,0 | 2,5 | 2,3250 | 0,1750 | — |
| 10,0 | 2,5 | 2,2500 | 0,2500 | — |
| 20,0 | 1,0 | 0,8000 | 0,2000 | 0,5 |
| 30,0 | 1,0 | 0,7000 | 0,3000 | 1,0 |
| 40,0 | 1,0 | 0,6000 | 0,4000 | 2,0 |

3.4. Приготовление растворов сравнения

3.4.1. Для сплавов с массовой долей родия до 15,0%

Навеску платины (см. табл. 1) растворяют в 50—100 см³ смеси кислот, упаривают до 5 см³ и далее проводят анализ по пп. 3.1 и 4.1.

3.4.2. Для сплавов с массовой долей родия свыше 15%

Навески платины и никеля (см. табл. 1) растворяют в 50—100 см³ смеси кислот, добавляют определенное количество стандартного раствора родия, соответствующее массе родия (табл. 2), упаривают до 5 см³ и далее проводят анализ по пп. 3.1 и 4.1.

Таблица 2

| Массовая доля родия в сплаве, % | Масса родия в растворе сравнения, г |
|---------------------------------|-------------------------------------|
| 20,0 | 0,100 |
| 30,0 | 0,200 |
| 40,0 | 0,300 |

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В стаканы вместимостью 100 см³ помещают аликвотные части (табл. 3) анализируемого и стандартного раствора сплава, нагревают до 60—70°C и приливают 3 см³ раствора гидроксилamina для восстановления платины. Растворы выдерживают 1 ч, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см³, доводят до

метки соляной кислотой (1:6) и перемешивают. Через 2 ч измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 490 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 2 см.

Раствором сравнения для сплавов с массовой долей родия до 15% служит раствор платины, проведенный через все стадии анализа (см. п. 3.4.1).

Раствором сравнения для сплавов с массовой долей родия свыше 15% служит раствор платины, никеля и родия, проведенный через все стадии анализа (см. п. 3.4.2).

Таблица 3

| Массовая доля родия в сплаве, % | Аликвотная часть раствора, см ³ | Массовая доля родия в сплаве, % | Аликвотная часть раствора, см ³ |
|---------------------------------|--|---------------------------------|--|
| От 4,5 до 5,0 | 25 | Св. 15,0 до 20,0 | 20 |
| Св. 5,0 " 10,0 | 20 | " 20,0 " 30,0 | 15 |
| " 10,0 " 15,0 | 15 | " 30,0 " 40,5 | 10 |

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю родия (X) в процентах вычисляют по формулам:

при массовой доле родия до 15%.

$$X = \frac{D_x \cdot m \cdot 100}{D_{ст} \cdot m_1};$$

при массовой доле родия свыше 15%

$$X = C_1 + \frac{D_x \cdot \Delta C \cdot 100}{D_{ст}},$$

где D_x — оптическая плотность анализируемого раствора;

$D_{ст}$ — оптическая плотность стандартного раствора;

m — масса родия в стандартном растворе, г;

m_1 — масса сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г;

ΔC — разность между массой родия в стандартном растворе и растворе сравнения, г;

C_1 — массовая доля родия в растворе сравнения, %.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, приведенных в табл. 4.

Таблица 4

| Массовая доля родия, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|------------------------|---------------------------------------|
| От 4,5 до 10,0 | 0,20 |
| Св. 10,0 " 25,0 | 0,25 |
| " 25,0 " 40,5 | 0,30 |

Изменение № 1 ГОСТ 12556.1—82 Сплавы платино-родневые. Метод определения родия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.06.88 № 1730

Дата введения 01.01.89

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 нормируемый показатель марочного состава».

Раздел 2. Заменить слова и ссылку: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %»; ГОСТ 9147—73 на ГОСТ 9147—80.

Пункт 5.1. Заменить обозначение: D_x на A_x , $D_{ст}$ на $A_{ст}$ (2 раза).

Пункт 5.2 после слов «параллельных определений» дополнить словами: «(d — показатель сходимости)»;

таблицу 4 изложить в новой редакции:

Таблица 4

| Массовая доля родия, % | d | D |
|------------------------|------|------|
| От 4,5 до 10,0 | 0,20 | 0,30 |
| Св. 10,0 » 25,0 | 0,25 | 0,40 |
| » 25,0 » 40,5 | 0,30 | 0,45 |

(Продолжение см. с. 84)

(Продолжение изменения к ГОСТ 12556.1—82)

дополнить абзацем: «Абсолютные расхождения средних результатов определений, полученных в двух различных лабораториях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 4».

Раздел 6 дополнить пунктом — 5.3: «5.3. Контроль правильности результатов определения массовой доли родия проводится воспроизведением его массовой доли в искусственной смеси химического состава, близкого составу анализируемого сплава, проведенной через весь ход анализа».

Результаты анализа проб считают правильными, если абсолютная разность максимального и минимального значений массовой доли родия в искусственной смеси не превышает 0,17 % при массовой доле родия от 4,5 до 10,0 %, 0,22 % при массовой доле родия свыше 10,0 до 25,0 % и 0,28 % при массовой доле родия свыше 25,0 до 40,5 %».

(ИУС № 9 1988 г.)