Контрольный экз

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РОДИЙ

МЕТОД СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 12227.0—76

Издание официальное

БЗ 10—96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.235:543.42:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РОДИЙ

Метод спектрального анализа

Rodium. Method of spectral analysis

ГОСТ 12227.0—76

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт распространяется на родий и устанавливает спектральный метод определения массовых долей платины, палладия, иридия, рутения, золота, серебра, меди, никеля, железа, титана, кремния, бария, свинца, алюминия, олова, магния.

Метод основан на испарении металла из кратера графитового электрода в дуге переменного тока. Примеси определяют в следующих концентрациях: платину, палладий, иридий, рутений от 0,005 до 0,1 % каждого; железо, никель, титан, кремний, золото и свинец — от 0,001 до 0,05 % каждого; серебро, медь, олово, барий, алюминий — от 0,001 до 0,01 % и магния — от 0,0005 до 0,01 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2—1.4. **(Исключены, Изм. № 2).**

1.5. Навески берут с погрешностью не более 0,005 г.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф дифракционный большой дисперсии с решеткой 1200 штрихов на 1 мм.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1976
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с Изменениями

Генератор активизированной дуги переменного тока.

Нерегистрирующий микрофотометр.

Девятиступенчатый ослабитель.

Весы аналитические.

Электроды графитовые спектрально-чистые диаметром 6 мм.

Родиевые градуировочные образцы для определения примесей.

Фототехническая пленка ФТ—41 по нормативно-технической документации светочувствительностью не ниже 0,5 единиц (при массовой доле родия 99,9 % и выше) и фотопластинки спектральные типа I чувствительностью 1—2 относительные единицы, типа II чувствительностью 16 относительных единиц при массовой доле родия менее 99,9 %. Кюветы, бюксы, эксикаторы для хранения проб и градуировочных образцов, пинцеты для обработки фотопленок или фотопластинок.

Настольный токарный станок с набором инструментов для заточки графитовых электродов.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 для протирки бюксов, весов и всей аппаратуры.

Кинопленка позитивная типа М3—3—35 чувствительностью 0,7—1,0 единицы по ГОСТ 20945.

Проявитель и фиксаж по ГОСТ 10691.0, ГОСТ 10691.1. Допускается применение другого контрастно работающего проявителя.

Стандартный образец состава родия для проверки правильности результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Проба для анализа должна быть в виде порошка с крупностью частиц не более 0,3 мм, стружки, проволоки или ленты. От анализируемой пробы отбирают навески до 100 мг.

3.2. Навески проб стандартного образца и градуировочных образцов помещают в кратер тонкостенных графитовых электродов (диаметр кратера 3,5—4,0 мм, глубина 1,5—2,0 мм). Противоэлектродом служат графитовые стержни длиной 30—50 мм, заточенные на усеченный конус.

3.3. Градуировочные образцы для спектрального анализа готовят путем механического перемешивания порошков примесей (марка х.ч., крупность 0,15 мм) с порошком-основой — родием.

Чистоту родия проверяют спектрографическим методом в тех же условиях, при которых проводят анализ. Примеси, которые обнаруживают в родии, определяют методом добавок, а найденные

массовые доли учитывают при приготовлении градуировочных образцов.

Сначала готовят головной образец, из которого отбирают несколько проб для проверки гомогенности распределения примесей. Затем головной образец разбавляют родием для получения серии из семи градуировочных образцов в интервале массовых долей от 0,001 до 0,1 %.

Допускается приготовление градуировочных образцов другим способом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Спектры градуировочных образцов стандартного образца и пробы фотографируют на спектрографе при следующих условиях: ширина щели 0,015 мм, освещение щели трехлинзовым конденсором, дуговой промежуток 2,5 мм, сила тока 7—8 А, экспозиция 90 с. Для определения бария и магния спектры градуировочных образцов и проб фотографируют при силе тока 5 А. Экспозиция 20 с.

Допускается применять постоянный ток. Электрод с анализируемой пробой используется в качестве анода.

Межэлектродное расстояние 2,5 мм регулируют в процессе экспонирования спектров по изображению на промежуточной диафрагме.

Спектры фотографируют на позитивную фотопленку МЗ—35. Допускается применять спектральные фотопластинки типов I и II. Фотопленки проявляют в течение 5 мин при температуре проявителя 20 °С. Фотопластинки проявляют в течение 4 мин. Проявленные фотопластинки и фотопленки споласкивают в воде. Фиксируют, промывают в проточной воде, высушивают и фотометрируют.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.2. **(Исключен, Изм. № 2).**

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. При фотометрировании линий примесей учитывают фон. Интенсивность фона вычитают из интенсивности аналитических линий примесей с помощью характеристической кривой. Определение концентраций всех примесей производят по методу «трех эталонов».

Аналитические линии, рекомендуемые для проведения анализа, приведены в таблице 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Длина волны, нм		Определяемый элемент	Длина волны, нм	
	аналитической линии	внутреннего стандарта		аналитической линии	внутреннего стандарта
Платина	299,79	300,58	Железо	296,69	300,58
Палладий	324,27	323,76	Титан	307,86	307,66
	313,33	Фон	Кремний	288,15	288,12
Иридий	292,47	Фон	Барий	455,40	Фон
Рутений	287,49	287,39	Свинец	287,33	287,39
Золото	312,27	Фон	Алюминий	308,21	307,66
Серебро	338,28	338,14	Олово	326,23	Фон
Медь	327,39	323,76	Магний	278,29	287,39
Никель	303,79	300,58			

Градуировочные графики строят в координатах: по оси абсцисс $\lg C$ градуировочных образцов, по оси ординат $\lg \frac{I}{I_0}$.

При помощи градуировочного графика находят массовые доли примесей в анализируемых пробах. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое четырех параллельных определений, максимальное расхождение между которыми не превышает допустимых расхождений при доверительной вероятности P=0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля примесей, %	Допускаемое расхождение, %	
	сходимости	воспроизводимости
Св. 0,0005 до 0,001 включ.	0,001	0,001
» 0,001 » 0,003 »	0,004	0,005
» 0,003 » 0,01 »	0,006	0,008
» 0,01 » 0,03 »	0,01	0,02
» 0,03 » 0,1 »	0,02	0,03

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством цветной металлургии СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В.А. Корнеев; В.Е. Аврамов, канд. техн. наук; **М.А. Гаврилов; А.К. Дементьева,** руководитель работы; **И.И. Коршакевич**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23.07.76 № 1774

3. **Периодичность проверки 5 лет**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 12227—66 в части разд. 1, 2**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 5962—67	Разд. 2
ГОСТ 10691.0—84	Разд. 2
ГОСТ 10691.1—84	Разд. 2
ГОСТ 20945—80	Разд. 2
ГОСТ 22864—83	1.1

6. **Ограничение срока действия снято по Протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1982 г., июне 1987 г., феврале 1993 г. (ИУС 4—82, 10—87, 9—93)**

Редактор *В.Н.Копысов*
Технический редактор *В.Н Прусакова*
Корректор *М.С.Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н.Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 09.07.97. Подписано в печать 08.08.97.
Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,34. Тираж 111 экз. С 770. Зак. 566

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Ф[illegible] Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru