МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РУТЕНИЙ

МЕТОД СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 7—98

gost.e-ecolog.ru

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 669.236:543.42:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РУТЕНИЙ

Метод спектрального анализа

Ruthenium. Method of spectral analysis

ГОСТ 12228.1—78

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения платины, палладия, золота, родия, никеля, кремния, железа, алюминия, свинца, титана, осмия, олова (при массовой доле от 0,001 до 0,1 % каждого), иридия (при массовой доле от 0,005 до 0,1 %), меди, магния, серебра, бария (при массовой доле от 0,001 до 0,01 % каждого) в рутении.

Метод основан на испарении металла из кратера графитового электрода в дуге переменного и постоянного токов.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрограф дифракционный большой дисперсии с решеткой 600 штрихов на 1 мм или спектрограф со скрещенной дисперсией СТЭ-1.

Генератор активизированной дуги переменного и постоянного токов.

Микрофотометр нерегистрирующий.

Весы аналитические.

Станок настольный токарный с набором инструментов для заточки графитовых электродов.

Ступка агатовая с пестиком.

Бюксы, эксикаторы для хранения проб и градуировочных образцов, кюветы и пинцеты для обработки фотопластинок или фотопленок.

Электроды графитовые спектрально-чистые, диаметром 6 мм.

Образцы градуировочные.

Порошок графитовый марки ОС.Ч.

Фотопластинки спектрографического типа ЭС чувствительностью 5—10 ед. или другие контрастные фотоматериалы.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 для протирки бюксов, весов и аппаратуры.

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

Стандартный образец состава рутения для проверки правильности результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Проба для анализа должна быть в виде порошка частицами размером не более 0,3 мм.

От анализируемой пробы отбирают навеску в 100 мг.

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

3.2. Приготовление градуировочных образцов

Градуировочные образцы для спектрального анализа готовят механическим перемешиванием порошков-примесей (квалификации х.ч., размером 0,15 мм) с порошком-основой рутением (массовая доля рутения не ниже 99,98 %).

Чистоту рутения определяют спектрографическим методом в тех же условиях, при которых проводят анализ. Примеси, которые обнаруживают в рутении, определяют методом добавок, а найденные массовые доли учитывают при изготовлении градуировочных образцов.

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

Допускается приготовление градуировочных образцов другим способом, обеспечивающим указанную точность анализа.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Спектры градуировочных образцов и проб фотографируют на спектрографе при следующих условиях: ширина щели 0,015 мм, освещение щели трехлинзовым конденсором, сила постоянного тока 10 А, экспозиция 60 с. Межэлектродное расстояние 2,5 мм устанавливают и поддерживают постоянным в течение экспонирования спектров по изображению на промежуточной диафрагме. Электрод с анализируемой пробой является анодом. При определении примесей, массовая доля которых: Pt, Fe, Ti — более 0,01 %; Pd, Mg, Si — более 0,003 %; Rh, Ni, Pb, Au, Sn — более 0,005 %; Ag, Cu, Al — более 0,001 %; Ir — более 0,025 % от аналитической пробы отбирают навеску в 100 мг и тщательно растирают с 200 мг графитового порошка в течение 30 мин. Спектры градуировочных образцов и проб фотографируют в дуге переменного тока силой 7—8 А, экспозиция 90 с. Для определения бария спектры градуировочных образцов и проб фотографируют при силе тока 7 А, экспозиция 45 с. Для определения осмия от аналитической пробы отбирают навеску 400 мг и тщательно перемешивают с 400 мг окиси меди (CuO) в течение 30 мин. Спектры градуировочных образцов и проб фотографируют в дуге переменного тока силы 8—10 А, экспозиция 90 с. Спектры фотографируют на высококонтрастные фотоматериалы (пластинки, пленку). Фотопластинки (фотопленки) проявляют в течение 5 мин при температуре проявителя 20 °С. Проявленные фотопластинки и фотопленки ополаскивают в воде, фиксируют, промывают в проточной воде, высушивают и фотометрируют.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Для всех примесей, кроме бария, «внутренним стандартом» являются линии рутения.

При фотометрировании линий примесей учитывают фон. Интенсивность фона вычитают из интенсивности аналитических линий примесей с помощью характеристической кривой.

Массовую долю всех примесей определяют по методу «трех эталонов».

Длины волн аналитических линий и линий «внутреннего стандарта» приведены в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Длина волны, нм	
	аналитической линии	линии «внутреннего стандарта»
Платина	283,03	283,61
Палладий	342,12	338,72
Родий	332,30	332,12
Иридий	322,07	322,0

Продолжение табл. 1

Определяемый элемент	Длина волны, нм	
	аналитической линии	линии «внутреннего стандарта»
Золото	312,28	312,05
Серебро	338,28	338,72
Медь	324,75	324,35
Железо	296,68	296,73
Никель	305,08	306,15
Магний	285,21	284,85
Алюминий	308,21	308,31
Свинец	283,30	283,61
Кремний	288,15	288,35
Барий	614,17	фон
Титан	307,86	307,66
Осмий	315,63	315,07
Олово	326,23	326,65

Градуировочные графики строят в координатах: $\lg C — \lg \frac{I_{пр}}{I_{ф}}$, по оси абсцисс — $\lg C$ (логарифм массовой доли примесей в градуировочных образцах), по оси ординат — $\lg \frac{I_{пр}}{I_{ф}}$ (логарифм отношения интенсивности линии примеси к линии «внутреннего стандарта»). При помощи градуировочного графика находят массовые доли примесей в анализируемых пробах.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

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

Таблица 2

Массовая доля примесей, %	Допускаемое расхождение, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,001 до 0,003 включ.	0,004	0,005
Св. 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

А.К. Дементьев, И.И. Коршакевич

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.07.78 № 1793

Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 10 от 04.10.96)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2252

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 12228—66 в части разд. 2

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 10691.0—84	2
ГОСТ 10691.1—84	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 22864—83	1.1

5. **Ограничение срока действия снято** по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (январь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в июне 1984 г., мае 1989 г., феврале 1997 г. (ИУС 10—84, 8—89, 5—97)

Редактор *М.И.Максимова*
Технический редактор *О.Н.Власова*
Корректор *В.И.Варенцова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 27.01.99. Подписано в печать 17.02.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,50.
Тираж 131 экз. С 2012. Зак. 127.

gost.e-ecolog.ru

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