МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПЛАТИНА

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 7—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.231:543.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПЛАТИНА

Методы анализа

ГОСТ 12226—80

Platinum.
Methods of analysis

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.81

Настоящий стандарт устанавливает спектрометрический и спектрографический методы определения содержания палладия, иридия, родия, рутения, золота, серебра, железа, никеля, меди, свинца, кремния, цинка, алюминия, олова, сурьмы, магния и гравиметрический метод определения летучих примесей.

Спектрометрический метод основан на искровом возбуждении излучения между пробой платины и контрэлектродом или на переводе пробы платины в глобулу, испарении элементов в дуге постоянного тока с последующим фотоэлектрическим измерением интенсивности аналитических линий примесей.

Определяют примеси: палладий, родий, иридий, рутений, свинец — от 0,002 до 0,1 % каждого; магний, кремний, медь, алюминий — от 0,001 до 0,02 % каждого; золото, никель, железо, цинк, серебро — от 0,001 до 0,1 % каждого; сурьма — от 0,0005 до 0,02 %; олово — от 0,0005 до 0,1 %.

Спектрографический метод основан на переводе стружки или порошка платины в глобулу, испарении элементов примесей в дуге постоянного тока и фотографической регистрации их спектров.

Определяют примеси: палладий — от 0,002 до 0,1 %; иридий, родий, рутений — от 0,005 до 0,1 % каждого; медь, никель, золото, магний, серебро — от 0,001 до 0,01 % каждого; алюминий, кремний, свинец, цинк — от 0,001 до 0,02 % каждого; железо — от 0,002 до 0,05 %; олово и сурьма — от 0,0005 до 0,02 % каждого.

Гравиметрический метод основан на определении потерь при прокаливании по разности массы анализируемого образца до и после прокаливания.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4, 5).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1.2. **(Исключен, Изм. № 3).**

1.3. Массовую долю примесей спектрографическим и гравиметрическим методами определяют не менее чем в четырех параллельных навесках; спектрометрическим — не менее, чем из четырех мест одной таблетки.

1.4, 1.5. **(Исключены, Изм. № 3).**

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

2. СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Квантометр эмиссионный АРЛ 31000 или другой прибор не уступающий по точности.

Генератор униполярный низковольтной искры.

Пресс НТР-60.

Стальная пресс-форма с матрицей внутренним диаметром 40 мм.

Станок для заточки металлических стержней.

Весы аналитические.

Платиновые стержни диаметром 6 мм, длиной 150 мм (массовая доля платины 99,98 %), заточенные на конус под углом 90 °.

Градуировочные образцы.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Вода дистиллированная.

Стандартный образец состава платины для проверки правильности результатов анализа.

Электроды графитовые спектрально-чистые.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 5).

2.2. Подготовка к анализу

Для удаления поверхностных загрязнений платину кипятят в растворе соляной кислоты в течение 2 мин, промывают водой и сушат.

Навеску массой 30 г помещают в пресс-форму и прессуют в таблетку усилием 540000 Н.

Таблетку помещают на водоохлаждаемую подставку воздушного штатива спектрометра. Контрэлектродом служит платиновый стержень. Аналитический промежуток 3±0,02 мм устанавливается по шаблону.

Таблетка и платиновый стержень являются электродами низковольтной униполярной искры.

Если на анализ поступают пробы в виде литых стержней диаметром 6—8 мм, длиной 20—25 мм, торцы стержней обрабатывают на плоскую гладкую поверхность, после чего поверхность платины очищают, как указано выше.

При анализе в дуге постоянного тока навеску платины массой 150 мг помещают в кратер графитового электрода диаметром 6 мм (глубина кратера 1,5—2,0 мм, диаметр 3,5—4,0 мм). Контрэлектродом служат графитовые стержни длиной 30—50 мм, заточенные на усеченный конус и площадкой диаметром 2,5 мм.

2.3. Проведение анализа

Проба платины служит анодом (+), а контрэлектрод — катодом (—).

Подготовка приборов к работе проводится согласно инструкциям по эксплуатации на приборы.

Образец обыскривают не менее четырех раз. После каждого обыскривания по заданной аналитической программе автоматически печатаются результаты измерения для каждого элемента.

Контрэлектрод заменяют новым перед сжиганием новой пробы.

2.2, 2.3 **(Измененная редакция, Изм. № 5).**

2.4. Обработка результатов

По результатам измерений с помощью постоянного графика, построенного по градуировочным образцам, определяют массовую долю примесей.

При оснащении квантометра компьютером (ЭВМ) по заданной аналитической программе автоматически проводят расчет массовых долей и их печатание.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое четырех измерений (обыскриваний), максимальное расхождение между которыми не превышает допустимых расхождений при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Если проведена калибровка измерительных каналов спектрометра по градуировочным образцам, массовую долю элементов примесей получают умножением зарегистрированного значения показаний цифрового вольтметра на цену деления, которая для каждого элемента определяется при калибровке.

Аналитические линии для выполнения анализа представлены в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Длина волны, км
Палладий	355,30; 340,45
Родий	365,79; 343,48
Иридий	269,42; 224,26
Рутений	349,89; 240,27
Золото	267,59
Свинец	405,78
Железо	296,68; 259,94
Кремний	251,61; 288,15
Олово	286,33; 189,9
Алюминий	396,15
Сурьма	206,83; 231,14
Серебро	328,06; 338,28
Медь	324,75; 327,39
Никель	227,02; 361,93; 221,61
Магний	279,55; 285,21
Цинк	334,50; 213,85
Платина	271,31; 280,85 Внутренний стандарт

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

2.4.1. Приготовление градуировочных образцов (см. п. 3.4.3).

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

3. СПЕКТРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрограф дифракционный с решеткой 600 штр/мм.

Трехступенчатый ослабитель с пропускаемостью ступеней 100, 40 и 10 %.

Генератор дуги постоянного тока силой до 15 А.

Нерегистрирующий микрофотометр.

Стальная пресс-форма с матрицей внутренним диаметром 4 мм.

Станок для заточки графитовых электродов.

Электроды графитовые спектрально-чистые марок ОСЧ 7—3, ОСЧ 7—4, В-3 диаметром 6 мм.

Градуировочные образцы.

Фотопластинки спектральные типа ЭС чувствительностью 5—10 ед. по ГОСТ 10691.1 или типа 2 чувствительностью 16 ед.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

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

Стандартный образец состава платины для проверки правильности результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Подготовка к анализу

Для удаления поверхностных загрязнений платину кипятят в растворе соляной кислоты в течение 2 мин, промывают водой и сушат.

Навески массой 150 мг помещают в кратеры графитовых электродов (глубина кратера 1,5—2,0 мм, диаметр 4 мм). В случае анализа губчатой платины навески металла прессуют усилием 500—1000 Н.

Контрэлектродом служат графитовые стержни длиной 30—50 мм, заточенные на усеченый конус (с площадкой диаметром 2,5 мм).

3.3. Проведение анализа

Спектры градуировочных и анализируемых образцов фотографируют на спектрографе: ширина щели 0,015 мм, освещение щели трехлинзовым конденсатором, сила тока 10—12 А, экспозиция 60 с. Анализируемый образец является анодом. Аналитический промежуток 2,5 мм регулируют в процессе экспонирования спектров по изображению по промежуточной диафрагме. От каждой навески градуировочных образцов или проб получают по одному спектру.

Фотопластинки проявляют в течение 5 мин при температуре проявителя 20 °С. Проявленные

фотопластинки ополаскивают в воде, фиксируют, промывают в проточной воде, высушивают и фотометрируют.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Для всех элементов внутренним стандартом служат линии платины. Определение массовых долей примесей проводят по методу «трех эталонов».

Аналитические линии для проведения анализа представлены в табл. 2.

3.4.2. С помощью микрофотометра измеряют величину почернения аналитических линий и линий внутреннего стандарта.

С помощью характеристической кривой, которая строится для каждой спектрограммы, определяют логарифмы отношения интенсивности аналитической линии примеси и внутреннего стандарта.

Таблица 2

Определяемый элемент	Длина волны, нм	
	аналитической линии	внутреннего стандарта
Палладий	325,87	326,84
	355,30	366,30
Родий	339,68	326,84
	365,79	366,30
Иридий	269,42	271,57
	284,97	271,57
Рутений	287,49	280,85
	343,67	326,84
Золото	267,59	267,45
	312,27	311,98
Серебро	328,06	326,84
Никель	303,79	307,95
	341,47	348,34
Медь	327,39	326,84
Железо	302,06	302,43
	259,93	259,60
Алюминий	309,27	307,95
Кремний	288,15	285,31
Олово	283,99	285,31
Цинк	334,50	326,84
Свинец	280,20	285,31
Сурьма	259,80	259,60
Магний	280,26	285,31
	285,21	285,31

Градуировочные графики строят в координатах $\lg C - \lg \frac{S_{пр}}{S_{в.с}}$, по оси абсцисс — $\lg C$ (логарифм массовой доли градуировочных образцов); по оси ординат — $\lg \frac{S_{пр}}{S_{в.с}}$ (логарифм отношения интенсивности линии примеси к линии внутреннего стандарта).

В области больших массовых долей допускается построение градуировочных графиков в координатах ΔS—$\lg C$, где ΔS — разность почернений аналитической линии и линии внутреннего стандарта.

По градуировочным графикам находят массовые доли примесей в анализируемых пробах.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое четырех параллельных определений, максимальное расхождение между которыми не превышает допускаемых расхождений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.4.3. *Приготовление градуировочных образцов*

Градуировочные образцы для спектрального анализа готовят путем непосредственного введения расчетного количества порошков примесей (марки х.ч.) в спектрально чистую платину (массовая доля платины не менее 99,98 %).

Навески примесей с небольшим количеством платины прессуют в таблетку (во избежание потерь примесей), затем таблетку и остаток платины помещают в графитовый тигель и плавят в нагревательной печи типа ИСТ-016 при 1950 °С в течение 20 мин.

После плавки слитки очищают от внешних механических вкраплений, промывают в соляной кислоте и расстрагивают в стружку крупностью 1 мм. Стружку проваривают в соляной кислоте, промывают дистиллированной водой и сушат.

Чистоту платины до плавки определяют спектрографическим методом в тех же условиях, при

которых проводят анализ. Примеси, которые обнаруживают в платине, определяют методом добавок, а найденные массовые доли учитывают при изготовлении градуировочных образцов.

Готовят серию из шести градуировочных образцов в диапазоне массовой доли от 0,0005 до 0,1 %.

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

3.4.4. Разность результатов параллельных определений и результатов анализа не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля примесей, %	Допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений	результатов анализа
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0010	0,0010
Св 0,001 » 0,003 »	0,004	0,005
» 0,003 » 0,010 »	0,006	0,008
» 0,01 » 0,03 »	0,01	0,02
» 0,03 » 0,10 »	0,02	0,03

3.4.1—3.4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

4. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОТЕРЬ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ

4.1. Аппаратура

Электропечь для прокаливания при 800—900 °С.

Тигли платиновые № 100—4 по ГОСТ 6563.

Тигли фарфоровые № 3 низкие по ГОСТ 9147.

Весы аналитические.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Проведение анализа

Чистый платиновый тигель с постоянной определенной массой помещают в фарфоровый тигель и прокаливают в печи в течение 10—15 мин при температуре 650—800 °С. По окончании прокаливания фарфоровый тигель с платиновым извлекают из печи, охлаждают в эксикаторе до температуры (20±5) °С и определяют массу платинового тигля.

После этого в нем же взвешивают 5,0 г анализируемого металла. Тигель с металлом помещают в фарфоровый тигель и прокаливают в печи при тех же условиях в течение 20—25 мин, извлекают фарфоровый тигель с платиновым тиглем из печи и охлаждают в эксикаторе до температуры (20±5) °С.

Платиновый тигель взвешивают, помещают в фарфоровый тигель и прокаливают при тех же условиях в течение 10—15 мин, затем охлаждают в эксикаторе и вновь взвешивают. Операцию прокаливания и охлаждения тигля повторяют до получения постоянной массы платинового тигля с металлом.

Разность массы тигля с металлом до и после прокаливания дает массу потерь при прокаливании в анализируемой пробе.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 4).

4.3. Обработка результатов

Массовую долю потерь при прокаливании (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — разность массы тигля с металлом до прокаливания и после прокаливания, г;

m — масса металла, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое четырех параллельных определений, максимальное расхождение между которыми не превышает 0,005 % при массовой доле потерь при прокаливании до 0,02 % и 0,01 % при массовой доле потерь при прокаливании от 0,02 до 0,05 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН Министерством цветной металлургии СССР**
   РАЗРАБОТЧИКИ
   В.А. Корнеев, В.Е. Аврамов, М.А. Гаврилов, Г.Н. Верхотуров, А.К. Дементьева, И.И. Коршакевич
2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.03.80 № 1201**

Изменение № 5 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 10 от 04.10.96)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2251

За принятие проголосовали:

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

3. **Периодичность проверки — 5 лет**
4. **ВЗАМЕН ГОСТ *12226—66***
5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 5962—67	2.1, 3.1	ГОСТ 10691.1—84	3.1
ГОСТ 6563—75	4.1	ГОСТ 14261—77	2.1, 3.1
ГОСТ 9147—80	4.1	ГОСТ 22864—83	1.1
ГОСТ 10691.0—84	3.1	ГОСТ 25336—82	4.1

6. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 24.02.92 № 174**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, 5, утвержденными в июле 1985 г., марте 1989 г., декабре 1990 г., феврале 1992 г., феврале 1997 г. (ИУС 10—85, 6—89, 4—91, 6—92, 5—97)**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.01.99. Подписано в печать 11.02.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,80.
Тираж 135 экз. С1894. Зак. 105.

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

gost.e-ecolog.ru