МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОСМИЙ

ХИМИКО-СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 7—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.233:543.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОСМИЙ

Химико-спектральный метод анализа

Osmimum. Chemical-spectral method of analysis

ГОСТ 12224.1—78

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральный метод определения платины, иридия, железа, никеля, рутения (при массовой доле от 0,001 до 0,02 % каждого), палладия, родия, золота, серебра, меди, кремния, бария, натрия, алюминия (при массовой доле от 0,0005 до 0,02 % каждого), магния (при массовой доле от 0,0001 до 0,004 %) в осмии.

Метод основан на отгонке осмия в виде четырехокиси и испарении остатка, смешанного с графитовым порошком, из кратера графитового электрода в дуге переменного тока.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Печь трубчатая электрическая на 1000 °С.

Вакуум-насос.

Спектрограф кварцевый средней дисперсии (типа ИСП-30).

Спектрограф трехпризменный стеклянный (типа ИСП-51 с камерой 270 мм).

Спектрограф со скрещенной дисперсией СТЭ-1 (может использоваться вместо первых двух для одновременной регистрации ультрафиолетовой и видимой области спектра).

Генератор активизированной дуги переменного тока.

Микрофотометр нерегистрирующий.

Колба Бунзена.

Лодочки платиновые по ГОСТ 6563.

Лодочки фарфоровые № 3 по ГОСТ 9147.

Весы аналитические.

Ступка агатовая с пестиком.

Шпатель из органического стекла и кисточка для извлечения остатка из лодочки после отгонки осмия.

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

Порошок графитовый марки ОСЧ.

Электроды графитовые спектрально-чистые марок С-3, С-2, диаметром 6 мм.

Образцы градуировочные.

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

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

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

Фототехническая пленка «Микрат-200» и кинопленка позитивная МЗ-35 по ТУ 6—17—647 или фотопластинки спектральные типа ЭС чувствительностью 5—10 относительных единиц и «панхром».

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 2,5 моль/дм^3.

Склянка Дрекселя вместимостью 500 см^3.

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

Стандартный образец состава осмия для проверки правильности результатов анализа.

Раздел 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Металл массой 3,0 г помещают в платиновую лодочку, которую вставляют в фарфоровую лодочку и помещают в трубчатую электрическую печь. Один конец кварцевой трубки электрической печи остается открытым, а другой герметически соединяют с колбой Бунзена, склянкой Дрекселя и вакуумной линией.

В колбу Бунзена заливают 500 мл, а в склянку Дрекселя 250 см^3 раствора гидроокиси натрия, включают электропечь и систему подключают к вакуумной линии. Печь постепенно нагревают до 600 °С и выдерживают при этой температуре в течение 1,5—2 ч. Затем раствор осмиата натрия из колбы Бунзена сливают в другую колбу, а в колбу Бунзена приливают свежий раствор гидроокиси натрия и продолжают нагревание. Если в течение 30 мин щелочной раствор не окрашивается, окисление и отгонку осмия считают законченными. Лодочку извлекают из печи и охлаждают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. В платиновую лодочку с остатком помещают 50 мг графитового порошка. Остаток вместе с графитовым порошком аккуратно извлекают из платиновой лодочки в агатовую ступку, добавляют графитового порошка до 300 мг, тщательно растирают в течение 30 мин и 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.

3.3. Градуировочные образцы для спектрального анализа готовят механическим перемешиванием порошков примесей (квалификации х. ч. размером частиц 0,15 мм) с графитовым порошком. Сначала готовят основной образец, из которого отбирают несколько проб для проверки гомогенности распределения примесей. Затем основной образец разбавляют графитовым порошком для получения серии из шести образцов в интервале массовых долей от 0,0001 до 0,2 %.

Допускается приготовление градуировочных образцов другим способом.

3.2, 3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Спектры градуировочных образцов, стандартного образца и проб фотографируют на спаренных спектрографах при следующих условиях: ширина щели кварцевого спектрографа 0,015 мм, ширина щели стеклянного спектрографа 0,005 мм; освещение щели трехлинзовым конденсором, дуговой промежуток 2,5 мм, сила тока 6,5—7 А, экспозиция 60 с.

Ультрафиолетовый участок спектра фотографируют на кварцевом спектрографе на позитивную кинопленку типа МЗ-35 или фотопластинку типа ЭС.

Видимый участок спектра фотографируют на стеклянном спектрографе на фототехническую пленку «Микрат-200» или фотопластинку типа «панхром». Фотопленки (фотопластинки) 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. № 1, 2, 3).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. При фотометрировании линий примесей учитывают фон. Интенсивность фона вычитают из интенсивности аналитических линий примесей с помощью характеристической кривой. Массовую долю примесей определяют по методу «трех эталонов».

Длины волн аналитических линий приведены в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм
Натрий	588,99	Алюминий	309,27
Барий	493,40	Кремний	288,15
Палладий	342,12	Магний	285,21
Никель	341,47	Золото	267,59
Родий	339,68	Иридий	266,47
Серебро	328,06	Платина	265,94
Медь	327,39, 324,75	Железо	259,95
		Рутений	287,49; 343,67

Градуировочные графики строят в координатах $\lg C$—$\lg\frac{I_{пр}}{I_{ф}}$, по оси абсцисс откладывают $\lg C$ (логарифм массовой доли градуировочных образцов), по оси ординат $\lg\frac{I_{пр}}{I_{ф}}$ (логарифм отношения интенсивности линии примеси к фону). По градуировочным графикам находят массовые доли примесей в анализируемых пробах.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

5.2. Массовую долю примесей (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где C — массовая доля определяемого элемента в графитовом порошке, %;

m — масса анализируемого графитового порошка, мг;

m_1 — масса навески, мг.

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

Таблица 2

Массовая доля примесей, %	Допускаемое расхождение, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,0005 до 0,001 вкл.	0,001	0,001
Св. 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

5.2, 5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А.К. Дементьева, И.И. Коршакевич

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам 04.07.78 № 1794

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

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2249

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

3. ВЗАМЕН ГОСТ 12224—66 в части разд. 2

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 6563—75	2
ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 10691.0—84	2
ГОСТ 10691.1—84	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 22864—83	1.1
ТУ 6—17—647—80	2

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 *Л.А.Кузнецова*
Корректор *Н.Л.Шнайдер*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 27.01.99. Подписано в печать 15.02.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,47.
Тираж 133 экз. С 2007. Зак. 119.

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