Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т
С О Ю З А С С Р

ИРИДИИ

МЕТОД СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 12223.0-76

Издание официальное

БЗ 10-96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 546.93:543.42:006.354 Группа В59

Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т С О Ю З А С С Р

ИРИДИЙ

Метод спектрального анализа

Iridium. Method of spectral analysis

ГОСТ 12223.0-76

ОКСТУ 1709

Дата введения Q1.Q1J8

Настоящий стандарт распространяется на иридий и устанавливает спектральный метод определения массовой доли платины, палладия, родия, рутения, осмия, золота, серебра, свинца, титана, никеля, кремния, железа, алюминия, олова, меди, магния, бария.

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

Примеси определяют при массовой доле от 0,001 до 0,1 % каждого, магний — от 0,0005 до 0,1 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2 — 1.4. (Исключены, Изм. № 2).

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

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

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф дифракционный большой дисперсии с решеткой 600 штрихов на 1 мм.

Генератор активизированной дуги постоянного и переменного тока.

Нерегистрирующий микрофотометр.

Девятиступенчатый ослабитель.

Весы аналитические.

Электроды угольные спектрально-чистые диаметром 6 мм.

Иридиевые градуировочные образцы для определения примесей.

Фотопластинки спектральные типа ЭС чувствительностью 3—5 относительных единиц (при массовой доле иридия менее 99,9 %) и фототехническая пленка ФТ-41 по нормативно-технической документации светочувствительностью не ниже 0,5 единиц (при массовой доле иридия 99,9 % и выше).

Кюветы, бюксы, эксикаторы для хранения проб и градуировочных образцов, пинцеты для обработки фотопластинок или фотопленок.

Подставка с крышкой для электродов.

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 МЗ—3—35 чувствительностью 0,7—1,0 единицы по ГОСТ 20945.

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

Стандартный образец состава иридия для проверки правильности результатов анализа.

Порошок графитовый марки ОСЧ.

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

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

Чистоту иридия проверяют спектрографическим методом в тех же условиях, при которых проводят анализ. Примеси, которые обнаруживают в иридии, определяют методом добавок, а найденные концентрации учитывают при изготовлении градуировочных образцов.

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

Допускается приготовление градуировочных образцов другим способом.

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 постоянного тока 10 А, экспозиция 1 мин. Электрод с анализируемой пробой включают в качестве анода.

При определении примесей массовой долей более 0,01 % каждая, от аналитической пробы отбирают навеску 100 мг и тщательно растирают с 200 мг графитового порошка в течение 30 мин. Спектры градуировочных образцов, стандартного образца и проб фотографируют в дуге переменного тока силой 7—8 А, экспозиция 60 с. Межэлектродное расстояние 2,5 мм регулируют в процессе экспонирования спектров по изображению на промежуточной диафрагме. Для определения бария спектры градуировочных образцов, стандартного образца и проб фотографируют при силе тока 9 А (ток переменный). Экспозиция 90 с.

Спектры фотографируют на мелкозернистые высококонтрастные фотопластинки типа ЭС или на позитивную фотопленку МЗ—35.

Фотопластинки (фотопленки) проявляют в течение 5 мин при температуре 20 *С. Проявленные фотопластинки и фотопленки ополаскивают 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 массовых долей всех примесей производят по методу «трех эталонов».

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

Таблица 1

Определяемый элемент	Длина волны, нм		Определяемый элемент	Длина волны, нм	
	аналитической линии	внутреннего стандарта		аналитической линии	внутреннего стандарта
Платина	270,24 299,79	271,0 299,6	Никель	341,47	341,57
Палладий	340,45 342,12	341,57	Магний	280,26	281,28
Родий	339,68	341,57	Алюминий	308,21	309,01
Рутений	287,49 342,83	Фон 341,57	Свинец	280,2 405,78	Фон
Золото	267,59 312,27	268,4 331,02	Кремний	251,61 288,15	251,87 299,6
Осмий	290,9	Фон	Серебро	338,28	341,57
Медь	324,75 327,39	324,02 331,05	Титан	319,19	317,86
Железо	299,44 438,35	300,0 Фон	Барий	455,4	Фон
			Олово	317,5	317,86

Градуировочные графики строят в координатах:
по оси абсцисс lg C градуировочных образцов; по оси ординат

$\lg \frac{f}{f_0}$. 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, 2).

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 № 1773

3. Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 12223-66 в части разд. 1, 2

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
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, 9-87, 9-93)

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

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.07.97. Подписано в печать 19.08.97.
Усл.печ.л. 0,47. Уч,-изд.л. 0,38. Тираж 110 экз. С 811. Зак. 594

И ПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14,
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”
Москва, Лялин пер., 6
ПлрN 080102