

ОСМИЙ

ХИМИКО-СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Издание официальное

ОСМИЙ

Химико-спектральный метод анализа

ГОСТ
12224.1—78

Osmium. Chemical-spectral method of analysis

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 четырехоксида 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 трехпризмный 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/дм³.

Склянка Дрекселя вместимостью 500 см³.

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 см³ 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). Противозлектродом 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 однородности 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.