

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**

ГОСТ 12223.0—76

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

**ИРИДИЙ**

МЕТОД СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ****ИРИДИЙ**

Метод спектрального анализа

Iridium. Method of spectral analysis

ГОСТ  
12223.0—76

ОКСТУ 1709

Дата введения **01.01.78**

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 % кадмо-го, 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, 2002

## 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, боксы, 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 боксов, 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). Противозлектродом служат графитовые стержни длиной 30—50 мм, заточенные на усеченный конус.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

### С. 3 ГОСТ 12223.0—76

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)