

12 227.1-76

Уши 1, 2, 3



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РОДИЙ

МЕТОД ГРАВИМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ
СОДЕРЖАНИЯ ЛЕТУЧИХ ПРИМЕСЕЙ

ГОСТ 12227.1-76

Издание официальное



431-95
2

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР

Москва

Редактор *В. В. Чекменева*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *В. Ф. Малютина*

Сдано в наб. 03.08.76 Подп. в печ. 07.09.76 0,26 п. л. Тир. 10000 Цена 1 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-557, Нововоресенский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1290

РОДИЙ

Метод гравиметрического определения
содержания летучих примесей

Rodium. Gravimetric method of determination
of volatile additions

ГОСТ
12227.1—76

Взамен
ГОСТ 12227—66
в части разд. 3

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 23 июля 1976 г. № 1774 срок действия установлен

с 01.01. 1978 г.
до 01.01.1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на родий и устанавливает гравиметрический метод определения летучих примесей.

Метод основан на определении содержания летучих примесей по разности массы анализируемой пробы до прокаливания и после прокаливания.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 12227.0—76.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Электронечь для прокаливания при температуре до 1200°C.

Тигли платиновые № 100—9 и 100—10 по ГОСТ 6563—75.

Аппарат Киппа для получения водорода.

Аппарат Киппа для получения углекислоты.

Тигли фарфоровые № 5 и 6 по ГОСТ 9147—73.

Серная кислота по ГОСТ 4204—66.

Весы аналитические.

Эксикатор по ГОСТ 6371—73.

Мрамор.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Чистый платиновый тигель помещают в фарфоровый тигель, прокалывают в печи в течение 10 мин при 700—800°C в токе водорода. По окончании прокалывания тигель извлекают из печи и охлаждают в токе углекислоты 5—10 мин, затем переносят в эксикатор, охлаждают и взвешивают на аналитических весах. После этого в нем же взвешивают 5,0 г анализируемого металла.

Тигель с металлом помещают в фарфоровый тигель и прокалывают в течение 20—25 мин при 900—1000°C в токе водорода. По окончании прокалывания тигель извлекают из печи и охлаждают в токе углекислоты до полного остывания фарфорового тигля, после чего его переносят в эксикатор.

Платиновый тигель взвешивают на аналитических весах. После взвешивания тигель вновь помещают в фарфоровый тигель и прокалывают в тех же условиях в течение 10—15 мин. Платиновый тигель после охлаждения вновь взвешивают. Эту операцию повторяют до получения постоянной массы платинового тигля.

Разность массы тигля с металлом до прокалывания и после прокалывания и восстановления дает массу летучих примесей в анализируемой пробе.

3.2. Перед проведением анализа необходимо проверить аппарат Киппа на герметичность и водород на чистоту после вытеснения воздуха из аппарата Киппа током водорода.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание летучих примесей (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m — масса металла, г.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа не должны превышать 0,005% при содержании летучих примесей до 0,02% и 0,01% при содержании летучих примесей от 0,02 до 0,05%.

Изменение № 1 ГОСТ 12227.1—76 Родий. Метод гравиметрического определения содержания летучих примесей

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.01.82 № 166 срок введения установлен

с 01.07.82

Раздел 2. Заменить ссылку: ГОСТ 4204—66 на ГОСТ 4204—77.

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить значение: 700—800°С на 900—1000°С.

(ИУС № 4 1982 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 12227.1—76 Родий. Метод гравиметрического определения содержания летучих примесей

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.06.87 № 2462

Дата введения 01.01.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания».

По всему тексту стандарта заменить слово: «содержание» на «массовую долю».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 12227.0—76 на ГОСТ 22864—83.

Раздел 2. Второй абзац. Заменить слова: «№ 100—9 и 100—10» на № 100—7;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Тигли фарфоровые № 4, низкие по ГОСТ 9147—80»;

заменить ссылку: ГОСТ 6371—75 на ГОСТ 25336—82.

Пункт 3.1. Второй абзац. Заменить слова: «По окончании прокаливания тигель извлекают из печи и охлаждают в токе углекислоты до полного остывания фарфорового тигля, после чего его переносят в эксикатор» на «По окончании прокаливания платиновый тигель извлекают из печи, не выключая ток водорода. Включают ток углекислоты и через 3—5 с отключают ток водорода. Охлаждают платиновый тигель в токе углекислоты до температуры $(23 \pm 4)^\circ\text{C}$, после чего его переносят в эксикатор».

(ИУС № 10 1987 г.)

Изменение № 3 ГОСТ 12227.1—76 Родий. Метод гравиметрического определения летучих примесей

Принято решением Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол заседания № 3—93 от 17.02.93)

Дата введения 01.01.94

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Родий. Гравиметрический метод определения потери массы при прокаливании

Rodium. Gravimetric method for determination of mass loss on ignition».

По всему тексту стандарта заменить слова: «летучие примеси» на «потери массы при прокаливании».

Раздел 2. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «Двуокись углерода газообразная по ГОСТ 8050—85»;

заменить ссылку: ГОСТ 6371—73 на ГОСТ 25336—82.

Пункт 3.1. Второй абзац. Заменить слово: «углекислоты» на «двуокиси углерода».

(ИУС № 9 1993 г.)