ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

ХИМИКО-СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ, ВИСМУТА, КАДМИЯ, МЕДИ, МАГНИЯ, МАРГАНЦА, НИКЕЛЯ, СВИНЦА, СЕРЕБРА И ЦИНКА

ГОСТ 12645.4—77

Издание официальное

Научно-техническая
библиотека

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

МКС 77.120.99
Группа В59

к ГОСТ 12645.4—77 Индий. Химико-спектральный метод определения алюминия, висмута, кадмия, меди, магния, марганца, никеля, свинца, серебра и цинка (см. Изменение № 4, ИУС № 7—2000)

В каком месте	Напечатано	Должно быть	
С. 57. Таблица согласования	—	Кыргызская Республика	Кыргызстандарт

(ИУС № 1 2002 г.)

УДК 669.872:543.42:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

Химико-спектральный метод определения алюминия, висмута, кадмия, меди, магния, марганца, никеля, свинца, серебра и цинка

ГОСТ 12645.4—77

Indium. Chemicospectral method for determination of aluminium, bismuth, cadmium, copper, magnesium, manganese, nickel, lead, silver and zinc

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.78

Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральный метод определения алюминия, висмута, кадмия, меди, магния, марганца, никеля, свинца, серебра и цинка в индии при массовых долях в процентах:

- алюминия	от	0,00001	до	0,0001;
- висмута	»	0,000002	»	0,0001;
- кадмия	»	0,000002	»	0,0001;
- меди	»	0,000005	»	0,0001;
- магния	»	0,00002	»	0,0001;
- марганца	»	0,0000008	»	0,00001;
- никеля	»	0,00001	»	0,0001;
- свинца	»	0,00001	»	0,0001;
- серебра	»	0,0000008	»	0,0001;
- цинка	»	0,00001	»	0,0005.

Предлагается два метода

Метод А основан на предварительном химическом концентрировании примесей путем отделения основного количества индия экстракцией β β '-дихлордиэтиловым эфиром (хлорексом) в виде бромида из раствора бромистоводородной кислоты концентрацией 8 моль/дм^3. Раствор, содержащий примеси, выпаривают на порошковом графите, содержащем 4 % хлористого натрия.

Метод Б основан на предварительном химическом концентрировании примесей путем отделения основного количества индия экстракцией диэтиловым эфиром в виде бромида индия из раствора бромистоводородной кислоты концентрацией 5 моль/дм^3. Раствор, содержащий примеси, выпаривают на порошковом графите, содержащем 5 % оксида индия.

Спектральное определение примесей в концентрате основано на измерении почернений линий примесей и фона в дуговом спектре, получаемом при испарении пробы из отверстия угольного электрода (анода) в пламени дуги постоянного тока.

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 12645.0 и ГОСТ 22306.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии любого типа, позволяющий за одну экспозицию получить спектр от 225,0 до 400,0 нм, укомплектованный трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым и девятиступенчатым ослабителями.

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 (первый порядок), укомплектованный трехлинзовой системой освещения щели или спектрограф СТЭ-1.

Источник постоянного тока, обеспечивающий напряжение до 200 В и силу тока до 20 А, типов ПН-145, 2ВН-20 и др.

Генератор активизированной дуги для поджига типов ПС-39, ДГ-2, ИВС-28 с внешним реостатом для работы при силах тока 15 А.

Микрофотометр, предназначенный для измерения почернений спектральных линий.

Весы торсионные типа ВТ с погрешностью взвешивания не более 0,001 г.

Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Лампа инфракрасная любого типа с лабораторным автотрансформатором типа ПНО-250—2.

Электроплитка с терморегулятором.

Кварцевые приборы для перегонки реактивов (кислоты, дихлордиэтилового эфира, спирта).

Ступка из органического стекла.

Посуда кварцевая (стаканы, чашки, тигли, делительные воронки) по ГОСТ 19908.

Боксы из органического стекла.

Колонка из органического стекла или фторопласта для ионообменной очистки воды.

Нож из тантала.

Электроды из графитовых стержней особой чистоты диаметром 6 мм с размером кратера 4 × 3 мм и марки С-3 с размером кратера 4 × 4 мм.

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463 или полученный из графитовых стержней особой чистоты.

Натрий хлористый особой чистоты.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, трижды перегнанная или очищенная на ионизационной колонке.

Эфир β β′-дихлордиэтиловый (хлорекс), очищенный следующим образом: в делительной воронке хлорекс трижды промывают раствором соляной кислоты *с* (HCl)=3 моль/дм^3, затем дважды водой. После последней промывки оставляют в воронке на ночь для расслаивания. Затем перегоняют дважды в кварцевом аппарате (собирается фракция, кипящая при 175—178 °С. Баня глицериновая).

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062, трижды перегнанная, раствор (HBr)=8 моль/дм^3. Концентрацию бромистоводородной кислоты устанавливают титрованием раствором гидрата оксида натрия.

Спирт этиловый технический ректификованный по ГОСТ 18300.

Натрия гидрооксид по ГОСТ 4328.

Бром по ГОСТ 4109, перегнанный в кварцевом аппарате на водяной бане при температуре воды (60±5) °С (собирают бром под водой в кварцевой колбочке).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор *с* (HCl)=3 моль/дм^3.

Фотопластинки спектрографические типов ПФС-02, ПФС-03, ПФС-04, НТ-2СВ и диапозитивные.

Образцы сравнения для метода А. Основной для приготовления образцов сравнения и коллектором примесей служит графит порошковый с добавкой 4 % хлористого натрия (при определении цинка и кадмия — 0,1 % хлористого натрия).

Образцы сравнения для метода Б. Основой для приготовления образцов сравнения и коллектором примесей служит графит порошковый с добавкой 5 % оксида индия.

Чистоту приготовленной основы проверяют спектральным методом при указанных условиях анализа.

Основной образец готовят внесением в 10 г основы рассчитанного количества растворов — металлов (табл. 1а), приготовленных по приложению 1.

Таблица 1а

Определяемый элемент	Массовая доля элемента, %	Количество раствора в $см^3$, необходимое для приготовления основного образца (основа: С+4 % NaCl для метода А или С+5 % оксида индия для метода Б)	Количество раствора в $см^3$, необходимое для приготовления основного образца (основа: С+0,1 % NaCl)
Алюминий	0,01	1,0	—
Висмут	0,01	1,0	—
Кадмий	0,01	1,0	1,0
Медь	0,01	1,0	—
Магний	0,01	1,0	—
Марганец	0,008	0,8	—
Никель	0,01	1,0	—
Свинец	0,01	1,0	—
Серебро	0,008	0,8	—
Цинк	0,05	—	5,0

Образец высушивают под инфракрасной лампой и тщательно перетирают в ступке из органического стекла путем разбавления основного и вновь приготовленных образцов сравнения основой получают серию рабочих образцов сравнения в соответствии с табл. 1б.

Таблица 1б

Определяемый элемент	Массовая доля определяемого элемента в образце сравнения, %					
	Образец 1 1,0 г обр. основного +9,0 г основы	Образец 2 2,5 г обр. № 1 +5,0 г основы	Образец 3 0,9 г обр. № 1 +8,1 г основы	Образец 4 0,7 г обр. № 2 +6,3 г основы	Образец 5 2,0 г обр. № 3 +8,0 г основы	Образец 6 3,5 г обр. № 5 +3,5 г основы
Алюминий	$1 \cdot 10^{-3}$	$3{,}3 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$3{,}3 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	—
Висмут	$1 \cdot 10^{-3}$	$3{,}3 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$3{,}3 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	—
Кадмий	$1 \cdot 10^{-3}$	$3{,}3 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$3{,}3 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	—
Медь	$1 \cdot 10^{-3}$	$3{,}3 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$3{,}3 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	—
Магний	$1\ 10^{-3}$	$3{,}3 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$3{,}3 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	—
Марганец	$8 \cdot 10^{-4}$	$2{,}67 \cdot 10^{-4}$	$8 \cdot 10^{-5}$	$2{,}67 \cdot 10^{-5}$	$1{,}6 \cdot 10^{-5}$	$8 \cdot 10^{-6}$
Никель	$1 \cdot 10^{-3}$	$3{,}3 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$3{,}3 \cdot 10^{-5}$	$2\ 10^{-5}$	—
Свинец	$1 \cdot 10^{-3}$	$3{,}3 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$3{,}3 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	—
Серебро	$8 \cdot 10^{-4}$	$2{,}67 \cdot 10^{-4}$	$8 \cdot 10^{-5}$	$2{,}67 \cdot 10^{-5}$	$1{,}6 \cdot 10^{-5}$	$8 \cdot 10^{-6}$
Цинк	$5 \cdot 10^{-3}$	$1{,}67 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$1{,}67 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	—

Основу и образцы сравнения хранят в бюксах или плотно закрытых баночках.

Эфир диэтиловый (медицинский).

Индия оксид особой чистоты.

Примечание. Допускается использование плазмы с индуктивной связью в качестве источника возбуждения спектров, а также применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектров и других спектральных приборов, других реактивов и материалов, обеспечивающих получение показателей точности, не уступающих регламентированным настоящим стандартом.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Химическое концентрирование примесей по методу А

Навеску индия массой 0,500—1,000 г (при определении кадмия и цинка в индии марки Ин000 — массой 2,000 г) помещают в кварцевую чашку вместимостью 20—50 $см^3$, приливают 5 $см^3$ (при навеске индия 2,000 г — 10 $см^3$) раствора бромистоводородной кислоты концентрацией 8 моль/$дм^3$ и растворяют металл при нагревании на электрической плитке с терморегулятором (температура не должна превышать 90 °С). Полученный раствор выпаривают досуха, остаток растворяют в 7 $см^3$ раствора бромистоводородной кислоты концентрацией 8 моль/$дм^3$, переводят раствор в делительную воронку и смывают остатки раствора со стенок чашки 3 $см^3$ раствора бромистоводородной кислоты. Туда же добавляют 10 $см^3$ (при навеске индия 2,000 г — 20 $см^3$) β β′-дихлордиэтилового эфира и

осторожно встряхивают воронку в течение 1—2 мин. После отстаивания до полного исчезновения пузырьков воздуха водный слой сливают в другую делительную воронку и повторяют еще два раза экстракцию индия 10 см³ β β′-дихлордиэтилового эфира. Для получения окрашенного органического слоя следует перед каждой экстракцией в делительную воронку добавлять 1—2 капли брома. Кислый раствор переводят в кварцевую чашку, добавляют туда же 50 мг угольного порошка, содержащего 4 % хлористого натрия, выпаривают раствор под инфракрасной лампой досуха, смывают сухой остаток со стенок чашки небольшим количеством (1,5 см³) воды и вновь выпаривают досуха. Сухой остаток передают на спектральный анализ. Обогащение ведут из трех, при определении кадмия и цинка — из шести параллельных навесок. При определении цинка и кадмия два концентрата примесей объединяют и выпаривают на 100 мг угольного порошка, содержащего 0,1 % хлористого натрия. Одновременно с подготовкой образцов через все стадии анализа проводят контрольный опыт на все реактивы в присутствии предварительно очищенного бромида индия.

Для проведения контрольного опыта в кварцевую чашку приливают 5 см³ бромистоводородной кислоты *с* (HBr)=8 моль/дм³ и выпаривают до объема 0,5—1 см³. Добавляют еще 10 см³ этого же раствора бромистоводородной кислоты и переносят раствор в делительную воронку, куда добавляют 10 см³. β β′-дихлордиэтилового эфира и проводят трехкратную экстракцию. После третьей экстракции водную фазу сливают в кварцевую чашку, подпаривают под лампой до удаления паров брома и вносят 50 мг графита порошкового. Раствор выпаривают досуха, добавляют 1 см³ воды и опять выпаривают. Сухой остаток сушат под инфракрасной лампой в течение 30 мин и передают на спектральный анализ.

Один и тот же хлорекс можно использовать для экстракции индия пятикратно, проводя каждый раз его регенерацию по методике, приведенной в приложении 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2. Спектральный анализ концентрата примесей

3.2.1. Источником возбуждения спектра служит дуга постоянного тока силой 15 А между вертикально поставленными графитовыми электродами. Электроды предварительно обжигают в течение 15 с в дуге постоянного тока силой 15 А.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.2. *Условия спектрографирования при определении алюминия, висмута, меди, магния, марганца, никеля, свинца и серебра*

От каждого концентрата пробы, контрольного опыта и образца сравнения отбирают по две навески массой по 20 мг и помещают в кратер нижнего электрода (анода) глубиной 4 и диаметром 4 мм. Верхний электрод затачивают на усеченный конус с диаметром площадки 2 мм.

Спектры фотографируют при помощи кварцевого спектрографа средней дисперсии с трехлинзовым конденсором и шириной щели 0,015 мм через трехступенчатый ослабитель. Время экспозиции 20 с. Аналитический промежуток от 2,5 до 3,0 мм.

В области спектра от 200 до 230 нм используют фотопластинки типов ПФС-03, ПФС-04, НТ-2СВ, в области спектра от 230 до 310 нм — фотопластинки типа ПФС-02, ПФС-03, НТ-2СВ, в области спектра от 310 до 400 нм — фотопластинки типа ПФС-01.

3.2.3. Условия спектрографирования при определении цинка и кадмия

От каждого концентрата пробы, контрольного опыта и образца сравнения отбирают по две навески массой по 45 мг и помещают в кратер нижнего электрода (анода) глубиной и диаметром 4 мм. Верхний электрод — усеченный конус. Спектры фотографируют при помощи дифракционного спектрографа типа ДФС-8 (первый порядок) или спектрографа СТЭ-1 с трехлинзовой системой освещения щели. Ширина щели спектрографа 0,020 мм, время экспозиции 8—10 с. Фотопластинки типов ПФС-02, ПФС-03, НТ-2СВ.

3.2.2, 3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.3. Химическое концентрирование примесей по методу Б

Навеску индия (перед взвешиванием пробу индия промывают раствором соляной кислоты концентрацией 6 моль/дм³, обмывают деионизированной водой) массой 1,000 г помещают в кварцевую чашку вместимостью 20—50 см³, приливают 5 см³ раствора бромистоводородной кислоты концентрацией 8,5 моль/дм³, накрывают чашку кварцевой крышкой и растворяют при нагревании на электрической плитке с терморегулятором (температура не должна превышать 90 °С). Полученный раствор выпаривают досуха, остаток растворяют в 3 см³ раствора бромистоводородной кислоты концентрацией 5 моль/дм³.

Охлажденный раствор переводят в делительную воронку, обмывая чашку 2—3 см³ этого раствора бромистоводородной кислоты. Для экстракции индия в делительную воронку добавляют 5 см³ диэтилового эфира и энергично встряхивают в течение одной минуты. После расслаивания

жидкостей водный слой сливают в другую делительную воронку и повторяют экстракцию еще два раза таким же количеством диэтилового эфира.

Кислый раствор переводят в кварцевую чашку, добавляют 50 мг порошкового графита, содержащего 5 % оксида индия, упаривают досуха при температуре около 100 °С под инфракрасной лампой. Полученный сухой остаток передают на спектральный анализ.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт для внесения поправки на загрязнение реактивов в присутствии предварительно очищенного бромида индия. Для этой цели используют получившийся в ходе анализа эфирный экстракт бромида индия, который для полного удаления эфира переводят в кварцевую чашку и выпаривают на водяной бане с горячей водой (не нагревая).

Анализ каждой пробы индия проводят из 3-х параллельных навесок.

3.3.1. *Спектральный анализ концентрата примесей*

Концентраты, полученные из анализируемой пробы, концентраты контрольного опыта, по 50 мг каждого из образцов сравнения помещают в каналы графитовых электродов диаметром 4 мм и глубиной 6 мм, предварительно обожженных в дуге постоянного тока силой 15 А в течение 15 с.

Источником возбуждения спектров служит дуга постоянного тока силой 15 А. Спектры фотографируют на спектрографе типа ДФС-8. Экспозиция 45 с.

3.3, 3.3.1. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Спектры каждой пробы и контрольного опыта фотографируют при концентрировании по методу А по шесть раз, при концентрировании по методу Б и образцов сравнения — по три раза на одной пластинке. На спектрограммах с помощью микрофотометра измеряют почернения линий определяемых элементов и близлежащего фона. По измеренным значениям $S_{л+ф}$ и $S_ф$, пользуясь характеристической кривой фотопластинки, определяют логарифмы интенсивности линии и фона $\lg(I_л+I_ф)$ и логарифмы интенсивности фона $\lg I_ф$. Находят $I_л=(I_л+I_ф)-I_ф$. Градуировочные графики строят в координатах: $\lg I_л - \lg C$, где $\lg C$ — логарифм массовой доли примеси в градуировочных образцах.

Массовую долю примесей (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{m(C-C_1)}{m_1},$$

где m — масса концентрата, мг;

C — массовая доля примеси в концентрате, найденная по градуировочному графику, %;

C_1 — массовая доля примеси в контрольном опыте, найденная по градуировочному графику, %;

m_1 — масса навески исходной пробы, мг.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.2. Для определения содержания примесей используют аналитические линии, указанные в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Аналитическая линия, нм	Определяемый элемент	Аналитическая линия, нм
Алюминий	AlI 308,21	Магний	MgI 278,30
Висмут	BiI 306,77	Никель	NiI 300,24
Кадмий	CdI 228,80	Свинец	PbI 283,31
	или CdI 326,10	Серебро	AgI 328,07
Медь	CuI 327,40	Цинк	ZnI 334,50
Марганец	MnI 257,61		

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, полученных на одной фотопластинке (каждое параллельное определение из двух спектрограмм при концентрировании по методу А, из одной спектрограммы — по методу Б).

Разность между наименьшим из трех результатов параллельных определений с доверительной вероятностью P=0,95 не должна превышать значения допускаемого расхождения d, рассчитанного по формулам:

1. По методу А:

d =0,4 $\bar{x}_n$ — при определении меди (от $5 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %), серебра (от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %) и цинка (от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ %);

d = 0,5 $\bar{x}_n$ — при определении алюминия, висмута, кадмия, магния, марганца, серебра (от $8 \cdot 10^{-7}$ до $5 \cdot 10^{-5}$ %), цинка (от $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %); никеля и свинца.

2. По методу Б:

d = 0,5 $\bar{x}_n$ — при определении висмута, никеля, серебра и цинка;

d = 0,8 $\bar{x}_n$ — при определении магния, кадмия, марганца, свинца и алюминия;

где $\bar{x}_n$ — среднее арифметическое трех результатов параллельных определений.

Разность между результатами двух анализов одной и той же пробы с доверительной вероятностью P'=0,95 не должна превышать значения допускаемого расхождения D, рассчитанного по формулам:

1. По методу А:

D = 0,4 $\bar{X}_a$ — при определении меди (от $5 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %), цинка (от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ %), серебра (от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %);

D = 0,5 $\bar{X}_a$ — при определении алюминия, висмута, кадмия, марганца, серебра (от $8 \cdot 10^{-7}$ до $5 \cdot 10^{-5}$ %), цинка (от $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %); никеля и свинца.

2. По методу Б:

D = 0,5 $\bar{X}_a$ — при определении висмута, никеля, серебра и цинка;

D = 0,8 $\bar{X}_a$ — при определении меди, магния, кадмия, марганца, свинца и алюминия,

где $\bar{X}_a$ — среднее арифметическое двух результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.4. **(Исключен, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

РАСТВОРЫ МЕТАЛЛОВ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ ДЛЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ОБРАЗЦОВ СРАВНЕНИЯ

1. Для приготовления растворов металлов применяют

1.1. Металлы, с массовой долей основного вещества не менее 99,99 %:
алюминий по ГОСТ 11069 или фольга алюминиевая по ГОСТ 618;
висмут по ГОСТ 10928;
галлий по ГОСТ 12797;
железо, восстановленное водородом;
кадмий по ГОСТ 22860;
медь по ГОСТ 859;
свинец по ГОСТ 22861;
цинк по ГОСТ 3640;
марганец по ГОСТ 6008;
никель по ГОСТ 492;
серебро по ГОСТ 6836;
таллий по ГОСТ 18337;
олово по ГОСТ 860;
магний по ГОСТ 804.

1.2. Реактивы особой чистоты или квалификации не ниже х. ч. или ч. д. а.

1.3. Мерную посуду 1-го или 2-го классов точности.

1.4. Аналитические весы с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

2. Приготовление растворов

2.1. Раствор алюминия: 0,1 г алюминиевой фольги помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$. Приливают 20 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:3 и растворяют алюминий при нагревании на электроплитке. Растворение идет медленно. Постоянно добавляют азотную кислоту до полного растворения металла. Раствор кипятят для удаления оксидов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг алюминия.

2.2. Раствор висмута: 0,1 г висмута металлического помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$ и растворяют при нагревании в 5 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1. Раствор доводят до кипения для удаления оксидов азота, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, в которую предварительно добавляют 5 $см^3$ азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг висмута.

2.3. Раствор галлия: 0,1 г металлического галлия помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$ и растворяют в 7 $см^3$ смеси азотной и соляной кислот 1:3. Переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг галлия.

2.4. Раствор железа: 0,1 г железа, восстановленного водородом, помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$ и растворяют при слабом нагревании в 5—6 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1. После полного растворения железа раствор доводят до кипения для удаления оксидов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг железа.

2.5. Растворы кадмия, меди, свинца, цинка, марганца, никеля, серебра, таллия готовят, помещая навеску 0,1 г одного из названных металлов в стакан вместимостью 50 $см^3$, и растворяют при слабом нагревании и в 5—6 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1. После полного растворения металла раствор доводят до кипения для удаления оксидов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ полученного таким образом раствора содержит 1 мг взятого металла.

2.6. Раствор магния: 0,1 г металлического магния помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$ и растворяют в 5—6 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:2. Растворение ведут под крышкой, добавляя раствор азотной кислоты порциями по 2 $см^3$ (реакция идет бурно, с выделением большого количества тепла!). После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг магния.

2.7. Раствор олова: 0,1 г мелко нарезанного металлического олова помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$, добавляют 4 г щавелевой кислоты и 2—3 $см^3$ азотной кислоты. Растворение идет на холоде, потом при небольшом подогреве. После полного растворения олова добавляют 10 $см^3$ воды и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг олова.

Растворы хранят в посуде, закрытой пробками не более 1 года.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

МЕТОДИКА РЕГЕНЕРАЦИИ ОТРАБОТАННОГО β β '-ДИХЛОРДИЭТИЛОВОГО ЭФИРА (хлорекса)

Метод распространяется на β β '-дихлордиэтиловый эфир (хлорекс), очищенный и перегнанный перед работой в соответствии с настоящим стандартом, регламентирует условия его регенерации и позволяет для определения примесей в индии высокой чистоты использовать пятикратно один и тот же хлорекс, прошедший каждый раз трехкратную регенерацию.

Метод основан на промывке эфира водой. Отрегенерированный хлорекс должен быть прозрачным и не содержать воды, индия и примесей металлов, определяемых в индии марок Ин00, Ин000.

Проведение регенерации: 120—150 $см^3$ отработанного β β '-дихлордиэтилового эфира переносят в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$ (объем эфира не должен превышать $^1/_3$ объема воронки), добавляют 120—150 $см^3$ бидистиллированной воды и энергично перемешивают в течение 5 мин. После расслаивания фаз (20—30 мин) водную фазу с суспензией оксибромида индия сливают в стакан. Эфир переносят в другую делительную воронку вместимостью 500 $см^3$ и еще дважды промывают водой.

Промытый таким образом хлорекс может быть использован для экстракции индия.

Разрешается один и тот же хлорекс использовать для экстракции пятикратно, проводя каждый раз трехкратную отмывку его водой.

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

А.П. Сычев, Л.К. Ларина (руководитель темы), **М.Г. Саюн** (руководитель темы), **В.Н. Макарцева, Н.С. Беленкова, Е.В. Лисицина, Н.А. Романенко, В.А. Колесникова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 08.07.77 № 1715**
Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.03.94 (отчет Технического секретариата № 1)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Азербайджан	Азгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, раздела, приложения
ГОСТ 492—73	Приложение 1
ГОСТ 618—73	Приложение 1
ГОСТ 804—93	Приложение 1
ГОСТ 859—78	Приложение 1
ГОСТ 860—75	Приложение 1
ГОСТ 2062—77	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 3640—94	Приложение 1
ГОСТ 4109—79	Разд. 2
ГОСТ 4328—77	Разд. 2
ГОСТ 6008—90	Приложение 1
ГОСТ 6836—80	Приложение 1
ГОСТ 10928—90	Приложение 1
ГОСТ 11069—74	Приложение 1
ГОСТ 12645.0—83	1.1
ГОСТ 12797—77	Приложение 1
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 18337—80	Приложение 1
ГОСТ 19908—90	Разд. 2
ГОСТ 22306—77	1.1
ГОСТ 22860—93	Приложение 1
ГОСТ 22861—93	Приложение 1
ГОСТ 23463—79	Разд. 2

4. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 3—6—93)**

5. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1983 г., декабре 1987 г., июне 1996 г. (ИУС 5—83, 3—88, 9—96)**

МКС 77.120.99
Группа В59

Изменение № 4 ГОСТ 12645.4—77 Индий. Химико-спектральный метод определения алюминия, висмута, кадмия, меди, магния, марганца, никеля, свинца, серебра и цинка

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 15 от 28.05.99)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 3318

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

(Продолжение см. с. 58)

(Продолжение изменения № 4 к ГОСТ 12645.4—77)

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить значение: 50 мг на 40 мг;

исключить слова: «содержащего 4 % хлористого натрия»;

после слов «Сухой остаток» дополнить словами: «смешивают с 10 мг порошкового графита, содержащего 20 % хлористого натрия, и».

Пункт 3.3. Третий абзац изложить в новой редакции:

«Кислый раствор переводят в кварцевую чашку, добавляют 40 мг порошкового графита, упаривают досуха при температуре около 100 °С под инфракрасной лампой. Полученный сухой остаток смешивают с 10 мг порошкового графита, содержащего 25 % оксида индия, и передают на спектральный анализ».

(ИУС № 7 2001 г.)

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.02.98. Подписано в печать 30.03.98. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 119 экз. С341. Зак. 227.

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

МКС 77.120.99
Группа В59

к ГОСТ 12645.4—77 Индий. Химико-спектральный метод определения алюминия, висмута, кадмия, меди, магния, марганца, никеля, свинца, серебра и цинка (см. Изменение № 4, ИУС № 7—2000)

В каком месте	Напечатано	Должно быть	
С. 57. Таблица согласования	—	Кыргызская Республика	Кыргызстандарт

(ИУС № 1 2002 г.)

Изменение № 4 ГОСТ 12645.4—77 Индий. Химико-спектральный метод определения алюминия, висмута, кадмия, меди, магния, марганца, никеля, свинца, серебра и цинка

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 15 от 28.05.99)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 3318

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

(Продолжение см. с. 58)

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить значение: 50 мг на 40 мг;

исключить слова: «содержащего 4 % хлористого натрия»;

после слов «Сухой остаток» дополнить словами: «смешивают с 10 мг порошкового графита, содержащего 20 % хлористого натрия, и».

Пункт 3.3. Третий абзац изложить в новой редакции:

«Кислый раствор переводят в кварцевую чашку, добавляют 40 мг порошкового графита, упаривают досуха при температуре около 100 °С под инфракрасной лампой. Полученный сухой остаток смешивают с 10 мг порошкового графита, содержащего 25 % оксида индия, и передают на спектральный анализ».

(ИУС № 7 2001 г.)

gost.e-ecolog.ru