ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГАЛЛИЯ, ЖЕЛЕЗА, МЕДИ, НИКЕЛЯ, ОЛОВА, СВИНЦА, ТАЛЛИЯ И ЦИНКА

ГОСТ 12645.1—77

Издание официальное

Научно-техническая
БИБЛИОТЕКА

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.872 : 543.42 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

Спектральный метод определения галлия, железа, меди, никеля, олова, свинца, таллия и цинка

ГОСТ 12645.1—77

Indium. Spectral method for determination of gallium, iron, copper, nickel, tin, lead, thallium and zinc

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.78

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения галлия, железа, меди, никеля, олова, свинца, таллия и цинка в индии при массовых долях в процентах:

- галлия от 0,0001 до 0,005;
- железа от 0,0001 до 0,01;
- меди от 0,0001 до 0,002;
- никеля от 0,00007 до 0,005;
- олова от 0,0001 до 0,01;
- свинца от 0,0002 до 0,01;
- таллия от 0,0001 до 0,005;
- цинка от 0,003 до 0,01.

Определение содержания примесей в индии проводят по методу «трех эталонов» с испарением примесей из кратера угольного электрода в дуге постоянного тока.

Перед анализом переводят пробу в оксид путем растворения в азотной кислоте и прокаливания в муфельной печи при 400—500 °С в течение 30—40 мин до полного удаления оксидов азота. При определении содержания таллия пробу в оксид не переводят.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем (первый порядок).

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

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

Микрофотометр, предназначенный для измерения почернений спектральных линий.

Печь муфельная с терморегулятором до 600 °С.

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

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

Кварцевый прибор для перегонки реактивов.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

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

Бокс из органического стекла.

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

Электроплитка.

Индий марки Ин000 по ГОСТ 10297

Ступка из органического стекла.

Посуда кварцевая (стаканы, чашки и т. д.) по ГОСТ 19908.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461 дважды перегнанная или кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125.

Спирт этиловый технический ректификованный по ГОСТ 18300.

Электроды из графитовых стержней С-2 особой чистоты диаметром 6 мм с глубиной кратера 6 мм и диаметром отверстия 4 мм.

Фотопластинки «спектрографические» типов ПФС-02, ПФС-03, НТ-2 СВ.

Образцы сравнения. Основой для приготовления образцов сравнения служит оксид индия. Готовят основу следующим образом. Металлический индий марки Ин000 растворяют в азотной кислоте. Полученный раствор выпаривают досуха и сухой остаток прокаливают сначала на электроплитке, а затем в муфельной печи при 400—500 °С до прекращения выделения паров оксидов азота (30—40 мин). Необходимо полностью удалять оксиды азота, так как их присутствие в основе увеличивает фон в спектрах, что искажает результаты анализа.

Основной образец готовят накапыванием в основу растворов элементов-примесей (табл. 1), приготовленных по приложению 1 ГОСТ 12645.4.

Образец, высушивают на электроплитке, затем прокаливают в муфельной печи при температуре 300 °С в течение 30 мин, перетирают в ступке. Путем разбавления основного и вновь приготовленных образцов основой готовят серию рабочих образцов сравнения в соответствии с табл. 2. Приготовленные образцы и основу хранят в бюксах или банках с крышками.

Примечание. Допускается применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектров и других спектральных приборов, других реактивов и материалов, обеспечивающих получение показателей точности, не уступающих регламентированным настоящим стандартом.

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

Таблица 1

Элемент, внесенный в основной образец	Массовая доля элемента-примеси, %	Масса навески основы, г	Количество раствора, вводимое для приготовления основного образца, $см^3$ (С раствора 1 $мг/см^3$)
Галлий	0,01	12,091	1,0
Железо	0,02		2,0
Никель	0,01		1,0
Олово	0,02		2,0
Свинец	0,02		2,0
Таллий	0,01		1,0
Цинк	0,02		2,0
Медь	0,01		1,0

Таблица 2

Определяемый элемент	Массовые доли определяемых элементов в образцах сравнения, %				
	Образец 1 4 г основн. обр. + 4 г основы	Образец 2 1 г основн. обр. +9 г основы	Образец 3 2,5 г обр. № 2 + 5 г основы	Образец 4 1 г обр. № 2 + 9 г основы	Образец 5 3 г обр. № 4 + 3 г основы
Галлий	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$3{,}3 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-5}$
Железо	$1 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$6{,}7 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$
Медь	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$3{,}3 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-5}$

Продолжение табл. 2

Определяемый элемент	Массовые доли определяемых элементов в образцах сравнения, %				
	Образец 1 4 г основн. обр. + 4 г основы	Образец 2 1 г основн. обр. +9 г основы	Образец 3 2,5 г обр. № 2 + 5 г основы	Образец 4 1 г обр. № 2 + 9 г основы	Образец 5 3 г обр. № 4 + 3 г основы
Никель	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$3{,}3 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-5}$
Олово	$1 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$6{,}7 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$
Свинец	$1 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$6{,}7 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$
Таллий	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$3{,}3 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-5}$
Цинк	$1 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$6{,}7 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Пробу металлического индия переводят в оксид, как указано в разд. 2.

3.2. Источником возбуждения спектров служит дуга постоянного тока силой 15 А между вертикально поставленными угольными электродами. Пробы и образцы сравнения по 60 мг помещают в углубление угольного электрода (анода) диаметром и глубиной 4 мм. (При определении содержания цинка и в индии марки Ин2 используют угольные электроды с размером кратера 4 × 6 мм).

Угольный стержень, используемый в качестве контрэлектрода, затачивают на усеченный конус с диаметром площадки 2 мм. Электроды предварительно обжигают в дуге постоянного тока силой 15 А в течение 10 с.

Определение содержания таллия проводят при тех же условиях, но пробу индия не переводят в оксид, а в виде мелких кусочков по 50 мг помещают в углубление угольного электрода и уплотняют набивалкой из органического стекла. Образцы сравнения — в виде оксида индия.

Спектры дуги фотографируют при помощи дифракционного спектрографа с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем. Ширина щели спектрографа 0,015 мм, расстояние между электродами от 2,5 до 3,0 мм должно сохраняться постоянным в течение всей экспозиции (3—4 мин). При определении цинка время экспозиции 30 с. Кассету спектрографа заряжают двумя фотопластинками типа I для определения меди и цинка и типа II для определения остальных элементов.

Спектры проб фотографируют по шесть, образцов сравнения - по три раза на одной и той же фотопластинке.

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернение аналитических линий определяемых элементов и близлежащего фона. Градуировочные графики строят в координатах ΔS—lg C, где $\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф}$, C — массовая доля определяемого элемента в образцах сравнения.

По градуировочным графикам находят содержание определяемых элементов в пробе.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, полученных на одной фотопластинке (каждое из трех спектрограмм).

Фотометрируют следующие аналитические линии (длины волн в нанометрах):

- галлий — Ga I 287, 424;
- железо — Fe I 248,327;
- никель Ni I 300,249;
- олово — Sn I 283,999;
- свинец — Pb I 283,307;
- медь — Cu I 327,394;
- таллий — Tl I 276,787;
- цинк — Zn I 334,502.

Разность между большим и меньшим из двух результатов параллельных определений с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения $d_п$, рассчитанного по формулам:

$d_п = 0,4\,\bar{x}_п$ — для массовых долей примесей от $7 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ %;

$d_п = 0,3\,\bar{x}_п$ — для массовых долей примесей более $5 \cdot 10^{-4}$ %,

где $\bar{x}_п$ — среднее арифметическое двух сопоставляемых результатов параллельных определений.

Разность между бо́льшим и меньшим из двух результатов анализа одной и той же пробы с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения $d_а$, рассчитанного по формулам:

$d_а = 0,4\,\bar{x}_а$ — для массовых долей от $7 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ %;

$d_а = 0,3\,\bar{x}_а$ — для массовых долей примесей более $5 \cdot 10^{-4}$ %,

где $\bar{x}_а$ — среднее арифметическое двух сопоставляемых результатов анализа.

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

2. **(Исключен, Изм. № 1).**

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 Армения	Армгосстандарт
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. **ВЗАМЕН ГОСТ 12645.67 в части разд. 1**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 6709—72	Разд. 2
ГОСТ 10297—94	Разд. 2
ГОСТ 11125—84	Разд. 2
ГОСТ 12645.0—83	1.1
ГОСТ 12645.4—77	Разд. 2
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 19908—90	Разд. 2
ГОСТ 22306—77	1.1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 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)**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Ковш*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.02.98. Подписано в печать 30.03.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,57. Тираж 115 экз. С339. Зак. 228.

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

gost.e-ecolog.ru