ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

ХИМИКО-СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

ГОСТ 12645.8—82

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.872:546.811.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

Химико-спектральный метод определения олова

Indium. Method of chemical and spectral analysis for the determination of tin

ГОСТ 12645.8—82

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральный метод определения олова в индии при массовой доле олова от $1 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Требования безопасности — по ГОСТ 12645.0.

1.1, 1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

Разд. 2. **(Исключен, Изм. № 1).**

3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 с решеткой 600 штр/мм, первый порядок, трехлинзовая система освещения щели.

Генератор дуги переменного тока типа ПС-39, ДГ-2 или ИВС-28.

Источник постоянного тока, обеспечивающий напряжение не менее 200 В и силу тока не менее 20 А.

Микрофотометр, предназначенный для измерения почернений спектральных линий.

Спектропроектор типа ПС-18.

Весы аналитические, позволяющие взвешивать с погрешностью не более 0,0002 г.

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

Боксы из органического стекла.

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

Станок для заточки угольных электродов типа КП-35 или любого другого типа.

Плитка электрическая нагревательная.

Посуда кварцевая и стеклянная (стаканы, колбы, делительные воронки и т.д.) по ГОСТ 19908.

Ступка из органического стекла с пестиком.

Печь муфельная, позволяющая получать температуру до 500 °С.

Электроды угольные особой чистоты, диаметром 6 мм с размером кратера 4×4. Контрэлектроды угольные, один конец которых заточен на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5—2,0 мм.

Индий металлический марки Ин000 или Ин000у по ГОСТ 10297.

Олово по ГОСТ 860.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, перегнанная в кварцевом аппарате или очищенная на ионизационной колонке

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 3

Кислота азотная марки ОС Ч 19—4 по ГОСТ 11125

Кислота хлорная

Натрий йодистый по ГОСТ 8422

Бензол по ГОСТ 5955

Аммиак водный по ГОСТ 24147

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180

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

Раствор индия 100 г/дм^3 навеску индия массой 2,500 г растворяют в 12,5 см^3 азотной кислоты при нагревании, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 25 см^3

Раствор олова 1 г/дм^3 навеску тонкоизмельченного олова массой 0,100 г растворяют в 2 см^3 азотной кислоты После растворения олова в стакан добавляют 20 см^3 воды и 4,000 г щавелевой кислоты Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 Стакан несколько раз обмывают водой для полного растворения щавелевой кислоты Промывные воды сливают в ту же мерную колбу и доводят до метки водой

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

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

4. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4 1 Образцы сравнения

Основой для приготовления образцов сравнения служит оксид индия металлический индий марок Ин000 или Ин000у растворяют при нагревании в азотной кислоте, раствор выпаривают досуха и сухой остаток прокаливают сначала на электроплитке, а затем в муфельной печи при температуре 400—500 °С до прекращения выделения паров оксидов азота (30—40 мин) Следует обратить особое внимание на полноту удаления оксидов азота, так как их присутствие в основе увеличивает фон в спектре, что искажает результаты анализа Содержание олова в основе определяют по методу добавок и затем вводят поправку в образцы сравнения

4 2 Основной образец с массовой долей олова 0,03 % (в расчете на индий металлический) готовят накапыванием 3 см^3 раствора олова в основу (12,1 г оксида индия) Образец высушивают на электроплитке и в муфельной печи при 300 °С, перетирают в ступке и, при необходимости, анализируют химическим или атомно-абсорбционным методами, перетирают в ступке

Путем разбавления основного и вновь приготовленных образцов основой получают серию рабочих образцов сравнения, массовая доля олова в которых приведена в таблице

г

Номер образца	Массовая доля олова, %	Количество разбавляемого образца	Количество основы необходимое для разбавления
1	$5\ 10^{-3}$	2,000 основного образца	10,000
2	$1\ 10^{-3}$	3,000 образца № 1	12,000
3	$3{,}3\ 10^{-4}$	3,500 образца № 2	7,000
4	$1\ 10^{-4}$	1,000 образца № 1	9,000

4 1, 4 2 **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5 1 Навеску металлического индия массой 1,000 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют под часовым стеклом при нагревании в 20 см^3 раствора серной кислоты (1 3) При выпаривании раствора следует по каплям добавлять воду, не допуская выпадения солей Раствор охлаждают до 30—40 °С, добавляют для окисления двухвалентного олова до четырехвалентного 10 см^3 хлорной кислоты, перемешивают и добавляют 20 г йодистого натрия После полного растворения йодистого натрия раствор переносят в делительную воронку и встряхивают в течение

1 мин с 10 см³ бензола. После расслоения, обмыв горло воронки 1—2 см³ бензола, отделяют неорганическую фазу, а органическую через горло воронки сливают в кварцевый тигель вместимостью 50 см³. Воронку обмывают бензолом, сливая его в тот же тигель. Туда же добавляют 1 см³ раствора индия и помещают под инфракрасную лампу для отгонки бензола при 50—60 °С в течение 30—40 мин в боксе из органического стекла.

Затем олово соосаждают с гидроокисью индия добавлением к раствору азотнокислого индия аммиака по каплям до сильного запаха (20 капель), обмывая стенки тигля и тщательно помешивая полученную кашицу кварцевой палочкой. Полученный гидроксид подсушивают под лампой и затем прокаливают в муфельной печи при 350—400 °С. После прокалки оксид индия раздавливают кварцевым пестиком до мелкой крупки и передают на спектрографический анализ. Обогащение ведут из двух навесок. Одновременно ведут контрольный опыт для проверки чистоты используемых реактивов. Для этого в стакан вместимостью 100 см³ помещают 0,1 г металлического индия с массовой долей олова менее $1 \cdot 10^{-5}$ %. Растворяют его под часовым стеклом при нагревании в 20 см³ раствора серной кислоты (1:3) и далее поступают так же, как при обогащении пробы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Образцы сравнения и полученный концентрат по 45 мг помещают в углубление угольного электрода (анода) диаметром и глубиной 4 мм и сжигают в дуге постоянного тока силой 15 А в течение 3 мин (до выгорания). Спектры фотографируют при помощи дифракционного спектрографа ДФС-8 в первом порядке на фотопластинках типов ПФС-02, ПФС-03, НТ-2СВ. Ширина щели спектрографа 0,020 мм, расстояние между электродами от 2,5 до 3,0 мм должно сохраняться постоянным в течение всей экспозиции.

На фотопластинку образцы сравнения фотографируют по три раза, каждый полученный концентрат по два раза.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернение линии олова с длиной волны 283,99 нм и близлежащего фона.

Градуировочные графики строят в координатах ΔS—lg C, где $\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$ ($S_{л+ф}$ — почернение линии олова и фона; $S_ф$ — почернение фона справа от линии); C — массовая доля олова в образцах сравнения, %. Почернения линии олова и фона должны быть в области нормальных почернений.

По градуировочному графику находят массовую долю олова в концентрате анализируемой пробы и контрольном опыте.

Массовую долю олова в индии (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot 100}{m},$$

где C_1 — массовая доля олова в концентрате пробы, найденная по градуировочному графику, %;

C_2 — массовая доля олова в контрольном опыте, найденная по градуировочному графику, %;

m — масса навески индия, взятой для анализа, мг;

100 — масса полученного концентрата, мг.

Воспроизводимость результатов анализа одной и той же пробы характеризуется относительным средним квадратическим отклонением равным 0,13. Повторяемость результатов параллельных определений характеризуется относительным средним квадратическим отклонением равным 0,11.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов четырех параллельных определений, полученных на одной фотопластинке.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

6.2. Разность между наибольшим и наименьшим из четырех результатов параллельных определений с доверительной вероятностью P=0,95 не должна превышать значения допускаемого расхождения d_n, рассчитанного по формуле d_n=0,4 $\bar{x}_n$, где $\bar{x}_n$ — среднее арифметическое четырех сопоставляемых результатов параллельных определений.

Разность между бóльшим и меньшим из двух результатов анализа с доверительной вероятностью P=0,95 не должна превышать значения допускаемого расхождения d_a, рассчитанного по формуле d_a=0,4 $\bar{x}_a$, где $\bar{x}_a$ — среднее арифметическое двух сопоставляемых результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

А.П Сычев, Л.К. Ларина, Н.С. Беленкова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7.04.82 г. № 1459**
Изменение № 2 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.03.94 (отчет Технического секретариата № 1)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа 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 раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 860—75	Разд. 3
ГОСТ 4204—77	»
ГОСТ 5955—75	»
ГОСТ 6709—72	»
ГОСТ 8422—76	»
ГОСТ 10297—94	»
ГОСТ 11125—84	»
ГОСТ 12645.0—83	1.1; 1.2
ГОСТ 19908—90	Разд. 3
ГОСТ 22180—76	»
ГОСТ 22306—77	1.1
ГОСТ 24147—80	Разд. 3

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

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

Редактор *В Н Копысов*
Технический редактор *В Н Прусакова*
Корректор *В С Черная*
Компьютерная верстка *В И Грищенко*

Изд лиц №021007 от 10 08 95 Сдано в набор 29 01 98 Подписано в печать 16 02 98 Усл печ л 0,93
Уч -изд л 0,53 Тираж 111 экз С142 Зак 103

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