ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

ХИМИКО-СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГАЛЛИЯ

ГОСТ 12645.13—87

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.8/2 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

Химико-спектральный метод определения галлия

Indium Chemicospectral method for determination of gallium

ГОСТ 12645.13—87

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.89

Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральный метод определения галлия в индии при массовой доле его от $5 \cdot 10^{-6}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ %

Метод основан на экстракционном выделении галлия бутиловым эфиром уксусной кислоты из солянокислой среды, реэкстракции его в водную фазу, осаждении на азотнокислом индии и спектрографическом анализе полученного концентрата

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.1.1 При определении галлия в индии наряду с индием и реактивами, указанными в ГОСТ 12645.0, используется бутиловый эфир уксусной кислоты, оказывающий вредное действие на организм человека. При работе с ним необходимо пользоваться требованиями безопасности, изложенными в ГОСТ 22300

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 или спектрограф СТЭ-1 с трехлинзовой системой освещения щели

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

Генератор дуги постоянного тока, обеспечивающий напряжение не менее 200 В и силу тока не менее 18 А

Микрофотометр, предназначенный для измерения почернений спектральных линий

Спектропроектор типа ПС-18

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

Лампа инфракрасная любого типа мощностью до 500 Вт с лабораторным автотрансформатором типа ПНО-250—2

Электроплитка нагревательная по ГОСТ 14919

Печь муфельная, позволяющая регулировать температуру до 700 °С

Станок для заточки графитовых электродов типа КП-35 или любого другого типа

Боксы из органического стекла

Посуда мерная стеклянная по ГОСТ 1770

Посуда кварцевая по ГОСТ 19908

Электроды из графитовых стержней марки С-2 или С-3 диаметром 6 мм с размером кратера 4 × 4 мм. Контрэлектроды — заточены на усеченный конус площадкой диаметром 1,5—2,0 мм

Фотопластинки спектрографические типов ПФС-02, ПФС-03, НТ-2СВ

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1988
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

Индий марки Ин00 по ГОСТ 10297 и раствор азотнокислого индия, содержащий индия 100 мг/см^3.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261 и раствор c (HCl) = 6 моль/дм^3.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125.

Бутиловый эфир уксусной кислоты по ГОСТ 22300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, перегнанная в кварцевом аппарате.

Галлий по ГОСТ 12797.

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

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Раствор галлия: 0,05 г металлического галлия растворяют в 5 см^3 смеси азотной и соляной кислот 1 : 3. Переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой, перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,5 мг галлия.

10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой, перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,05 мг галлия.

3.2. Образцы сравнения: основой для приготовления образцов сравнения служит оксид индия, полученный растворением индия марки Ин000 в азотной кислоте, высушиванием и прокаливанием азотнокислого индия до оксида в муфельной печи при температуре ~ 500 °С в течение 40—50 мин Полученную основу тщательно перетирают в ступке.

Основной образец, содержащий $1 \cdot 10^{-3}$ % галлия: в кварцевую чашку вместимостью 50 см^3 помещают 12,091 г оксида индия и добавляют по каплям 2 см^3 раствора галлия Б. Раствор высушивают и прокаливают в течение 20—30 мин при температуре ~ 500 °С в муфельной печи. Затем разбавлением основного и каждого вновь приготовленного образцов основой готовят серию рабочих образцов сравнения в соответствии с таблицей.

Номер образца сравнения	Массовая доля галлия в образце сравнения, %	Количество разбавляемого образца	Количество основы необходимое для разбавления
1	$1 \cdot 10^{-3}$	—	—
2	$3{,}3 \cdot 10^{-4}$	2,000 (образца № 1)	4,000
3	$1 \cdot 10^{-4}$	1,000 (образца № 2)	9,000
4	$5 \cdot 10^{-5}$	3,000 (образца № 3)	3,000

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Основу и градуировочные образцы хранят в бюксах или плотно закрывающихся банках в течение 1 года.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску индия массой 1,000 г помещают в кварцевую чашку вместимостью 30—50 см^3 и растворяют в 5—7 см^3 соляной кислоты при нагревании Чашку закрывают часовым стеклом После полного растворения навески раствор выпаривают до сухих солей под инфракрасной лампой Сухие соли растворяют в 5 см^3 раствора соляной кислоты c (HCl) = 6 моль/дм^3 и переносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3. Чашку обмывают 5 см^3 того же раствора соляной кислоты; промывной раствор сливают в ту же делительную воронку. Добавляют 10 см^3 бутилацетата и энергично встряхивают в течение 1 мин. После разделения фаз нижний слой отбрасывают, экстракт дважды промывают 2—3 см^3 раствора соляной кислоты

Реэкстракцию галлия из органического слоя проводят дважды 10 см^3 воды в течение 1 мин

Водный слой после первой и второй реэкстракции сливают в кварцевую чашку, в которую добавляют 1 см^3 раствора индия и 2—3 см^3 азотной кислоты. Раствор высушивают под лампой, на электроплитке и затем прокаливают осадок в муфельной печи при температуре ~ 500 °С в течение 25—30 мин до получения оксида индия. Прокаленный осадок взвешивают, истирают кварцевой палочкой в чашке.

Коэффициент обогащения ($K_{об}$) вычисляют по формуле

$$K_{об} = \frac{m}{m_1},$$

где m — масса индия, взятого для анализа, г;

m_1 — масса концентрата, полученного после обогащения, г.

Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт для учета чистоты реактивов, посуды и условий опыта, проводя те же операции и используя то же количество реактивов, которое требуется для получения концентрата примесей анализируемой пробы. Коэффициент обогащения рассчитывают по той же формуле, что и для анализируемой пробы.

Для получения результата анализа от каждой пробы отбирают по две навески и получают по два концентрата.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Навески образцов сравнения и концентратов проб и контрольного опыта массой по 50 мг помещают в угольные электроды с размером кратера 4 × 4 мм (для каждого образца и концентрата готовят по 2 электрода) и сжигают в дуге постоянного тока силой 15А в течение 3 мин (до выгорания). Спектры фотографируют на спектрографах типа ДФС-8 или СТЭ-1 (первый порядок). Ширина щели спектрографа 0,02 мм.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернение линии галлия 287,4 нм и близлежащего фона. Градуировочные графики строят в координатах $\Delta S - \lg C$, где C — массовая доля галлия в образцах сравнения, %.

Массовую долю галлия (C) в пробе вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_1}{K_{об}} - \frac{C_к}{K_{об\,к}},$$

где C_1 и $C_к$ — массовые доли галлия в концентрате пробы и контрольного опыта соответственно, найденные по градуировочному графику, %;

$K_{об}$ и $K_{об\,к}$ — коэффициенты обогащения пробы и контрольного опыта соответственно.

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

Разность между бо́льшим и меньшим из двух результатов параллельных определений с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения d_n, рассчитанного по формуле $d_n = 0{,}3\,\bar{x}_n$, где $\bar{x}_n$ — 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_a, рассчитанного по формуле $d_a = 0{,}3\,\bar{x}_a$, где $\bar{x}_a$ — среднее арифметическое двух сопоставляемых результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.И. Иванов, А.Б. Минеев, Л.К. Ларина, Н.Г. Пелевина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.87 № 4625
Изменение № 1 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 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. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 6709—72	»
ГОСТ 10297—94	»
ГОСТ 11125—84	»
ГОСТ 12645.0—83	1.1, 1.1.1
ГОСТ 12797—77	Разд. 2
ГОСТ 14261—77	»
ГОСТ 14919—83	»
ГОСТ 19908—90	»
ГОСТ 22300—76	1.1.1, 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** (январь 1998 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1996 г. (ИУС 9—96)

Редактор *В Н Копысов*
Технический редактор *Л А Кузнецова*
Корректор *В С Черная*
Компьютерная верстка *В И Грищенко*

Изд лиц №021007 от 0 08 95 Сдано в набор 29 01 98 Подписано в печать 18 02 98 Усл печ л 0,93
Уч изд л 0,53 Тираж 114 экз С159 Зак 117

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