



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

ХИМИКО-СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГАЛЛИЯ

ГОСТ 12645.13—87

..

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ИНДИЙ

Химико-спектральный метод определения галлия

ГОСТ
12645.13—87Indium. Chemospectral method for determination
of gallium

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.

Индий марки Ин00 по ГОСТ 10297 и раствор азотнокислого индия, содержащий индия 100 мг/см³.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261 и раствор $c(\text{HCl}) = 6$ моль/дм³.

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 см³ смеси азотной и соляной кислот 1 : 3. Переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой, перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,5 мг галлия.

10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой, перемешивают.

1 см³ 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 см³ помещают 12,091 г оксида индия и добавляют по каплям 2 см³ 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, %	г	
		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 см³ и растворяют в 5—7 см³ 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 см³ раствора соляной кислоты $c(\text{HCl}) = 6$ моль/дм³ и переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³. Чашку обмывают 5 см³ того же раствора соляной кислоты; промывной раствор сливают в ту же делительную воронку. Добавляют 10 см³ бутилацетата и энергично встряхивают в течение 1 мин. После разделения фаз нижний слой отбрасывают, экстракт дважды промывают 2—3 см³ раствора соляной кислоты.

Резэкстракцию галлия из органического слоя проводят дважды 10 см³ воды в течение 1 мин

Водный слой после первой и второй рекстракции сливают в кварцевую чашку, в которую добавляют 1 см³ раствора индия и 2—3 см³ азотной кислоты. Раствор высушивают под лампой, на электроплитке и затем прокалывают 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

$$C = \frac{C_1}{K_{об}} = \frac{C_k}{K_{обк}},$$

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

$K_{об}$ и $K_{обк}$ — 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 большим и меньшим из двух результатов параллельных определений с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения d_{α} , рассчитанного по формуле $d_{\alpha} = 0,3 \bar{x}_{\alpha}$, где \bar{x}_{α} — среднее арифметическое двух сопоставляемых результатов параллельных определений.

Разность между большим и меньшим из двух результатов анализа одной и той же пробы с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения d_{α} , рассчитанного по формуле $d_{\alpha} = 0,3 \bar{x}_{\alpha}$, где \bar{x}_{α} — 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 Беларусь	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 12645-83	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.И. Копысов*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
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 18.02.98.
Уч. изд. л. 0,53. Тираж 114 экз. С159. Зак. 117.

Усл. печ. л. 0,93

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Физизд ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник"
Москва, Дялиев пер., 6
Пар. № 080102