

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



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 с (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, %	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 с (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