

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

**ИНДИЙ**

**ХИМИКО-СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТАЛЛИЯ**

**ГОСТ 12645.9—83**

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

## ИНДИЙ

Химико-спектральный метод определения таллия

ГОСТ  
12645.9—83

Indium.

Chemical spectral method for determination of thallium

ОКП 17 2161 ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.84

Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральный метод определения таллия в индий марок Ин000, Ин000у при массовой доле таллия от  $7 \cdot 10^{-6}$  до  $2 \cdot 10^{-4}$  %.

Метод основан на предварительном экстракционном отделении трехвалентного таллия изобутиловым эфиром уксусной кислоты из бромистоводородной среды 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.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии любого типа с трехлинзовой системой освещения щели.

Генератор активизированной дуги переменного тока.

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

Микрофотометр, предназначенный для измерения почернений спектральных линий.

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

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

Спектропроектор типа ПС-18.

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

Ступка из органического стекла с пестиком.

Посуда фторопластовая (стаканы, чашки).

Посуда кварцевая (воронки делительные, чашки) по ГОСТ 19908.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Эфир изобутиловый уксусной кислоты по ГОСТ 22300.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, дважды перегнанная в кварцевом аппарате или

кислота азотная марки особой чистоты по ГОСТ 11125.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062, растворы с (HBr) = 1 и 7 моль/дм<sup>3</sup>. Концентрацию кислоты устанавливают титрованием раствором гидроксида натрия.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор с (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый технический ректифицированный по ГОСТ 18300.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1983  
© ИПК Издательство стандартов, 1998  
Переиздание с Изменениями

Натрий хлористый марки ОС.Ч.

Индия оксид, полученный из индия марки Ин00 по ГОСТ 10297.

Бром по ГОСТ 4109.

Таллий по ГОСТ 18337.

Электроды из графитовых стержней марки С-2 или В-3 диаметром 6 мм с глубиной кратера 3 мм и диаметром отверстия 4 мм.

Порошок графитовый, полученный из графитовых стержней марки С-2 или В-3.

Фотопластинки спектрографические типа ПФС-02 или НТ-2СВ.

**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. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Раствор таллия: 0,150 г металлического таллия растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты при слабом нагревании, раствор доводят до кипения, охлаждают, переносят количественно в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки водой.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 1,5 мг таллия.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Образцы сравнения. Основой для приготовления образцов сравнения служит графитовый порошок, содержащий 2 % оксида индия и 2 % хлористого натрия.

Для приготовления основного образца сравнения, содержащего 0,03 % таллия, во фторопластиковую чашку помещают 5,0 г графитового порошка и капают 1 см<sup>3</sup> раствора таллия. При введении раствора следят за тем, чтобы раствор, пропитывающий основу, не попадал на стенки и дно чашки. Для этого по мере введения раствора графитовый порошок подсушивают под лампой. Для удаления паров азотной кислоты смесь прокалывают в муфеле в течение 30 мин при температуре (300 ± 20) °С.

Полученную смесь тщательно перемешивают в ступке в течение 60 мин. Разбавлением основного и вновь приготовленных образцов основой получают серию рабочих образцов сравнения в соответствии с таблицей.

Номер образца сравнения	Массовая доля таллия в образце, %	Количество разбавляемого образца	Количество основы, необходимое для разбавления
Основной образец	$3 \cdot 10^{-2}$	—	—
1	$3 \cdot 10^{-3}$	1,000 основного образца	9,000
2	$1 \cdot 10^{-3}$	2,500 образца № 1	5,000
3	$3 \cdot 10^{-4}$	0,600 » № 1	5,400
4	$1 \cdot 10^{-4}$	1,000 » № 2	9,000
5	$5 \cdot 10^{-5}$	3,000 » № 4	3,000

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Буферная смесь: в графитовый порошок вводят 2 % хлористого натрия, время перемешивания — 60 мин.

3.4. Образцы сравнения, основу и буферную смесь хранят в бюксах или плотно закрывающихся баночках.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску индия массой 0,5 г помещают во фторопластовый стакан или чашку вместимостью 50 см<sup>3</sup> и растворяют в 4 см<sup>3</sup> раствора бромистоводородной кислоты с (HBr) = 7 моль/дм<sup>3</sup> при нагревании под инфракрасной лампой. К охлажденному раствору приливают две капли брома и