

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
С О Ю З А С С Р

---

## ИНДИЙ

ХИМИКО-СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
АЛЮМИНИЯ, ВИСМУТА, КАДМИЯ, МЕДИ, МАГНИЯ,  
МАРГАНЦА, НИКЕЛЯ, СВИНЦА, СЕРЕБРА И ЦИНКА

ГОСТ 12645.4—77

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**МКС 77.120.99**

**Группа В59**

**к ГОСТ 12645.4—77 Индий. Химико-спектральный метод определения алюминия, висмута, кадмия, меди, магния, марганца, никеля, свинца, серебра и цинка (см. Изменение № 4, ИУС № 7—2000)**

В каком месте	Напечатано	Должно быть	
С. 57. Таблица согласования	—	Кыргызская Республика	Кыргызстандарт

(ИУС № 1 2002 г.)

## ИНДИЙ

Химико-спектральный метод определения алюминия,  
висмута, кадмия, меди, магния, марганца, никеля,  
свинца, серебра и цинка

ГОСТ  
12645.4—77

Indium. Chemicospectral method for determination of aluminium,  
bismuth, cadmium, copper, magnesium, manganese,  
nickel, lead, silver and zinc

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.78

Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральный метод определения алюминия, висмута, кадмия, меди, магния, марганца, никеля, свинца, серебра и цинка в индии при массовых долях в процентах:

- алюминия	от 0,00001	до 0,0001;
- висмута	» 0,000002	» 0,0001;
- кадмия	» 0,000002	» 0,0001;
- меди	» 0,000005	» 0,0001;
- магния	» 0,00002	» 0,0001;
- марганца	» 0,0000008	» 0,00001;
- никеля	» 0,00001	» 0,0001;
- свинца	» 0,00001	» 0,0001;
- серебра	» 0,0000008	» 0,0001;
- цинка	» 0,00001	» 0,0005.

*Предлагается два метода*

Метод А основан на предварительном химическом концентрировании примесей путем отделения основного количества индия экстракцией  $\beta$   $\beta$ '-дихлордиэтиловым эфиром (хлорексом) в виде бромида из раствора бромистоводородной кислоты концентрацией 8 моль/дм<sup>3</sup>. Раствор, содержащий примеси, выпаривают на порошковом графите, содержащем 4 % хлористого натрия.

Метод Б основан на предварительном химическом концентрировании примесей путем отделения основного количества индия экстракцией диэтиловым эфиром в виде бромида индия из раствора бромистоводородной кислоты концентрацией 5 моль/дм<sup>3</sup>. Раствор, содержащий примеси, выпаривают на порошковом графите, содержащем 5 % оксида индия.

Спектральное определение примесей в концентрате основано на измерении почернений линий примесей и фона в дуговом спектре, получаемом при испарении пробы из отверстия угольного электрода (анода) в пламени дуги постоянного тока.

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

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии любого типа, позволяющий за одну экспозицию получить спектр от 225,0 до 400,0 нм, укомплектованный трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым и девятиступенчатым ослабителями.

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 (первый порядок), укомплектованный трехлинзовой системой освещения щели или спектрограф СТЭ-1.

Источник постоянного тока, обеспечивающий напряжение до 200 В и силу тока до 20 А, типов ПН-145, 2ВН-20 и др.

Генератор активизированной дуги для поджига типов ПС-39, ДГ-2, ИВС-28 с внешним реостатом для работы при силах тока 15 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.

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

Электроплитка с терморегулятором.

Кварцевые приборы для перегонки реактивов (кислоты, дихлордиэтилового эфира, спирта).

Ступка из органического стекла.

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

Боксы из органического стекла.

Колонка из органического стекла или фторопласта для ионообменной очистки воды.

Нож из тантала.

Электроды из графитовых стержней особой чистоты диаметром 6 мм с размером кратера 4 × 3 мм и марки С-3 с размером кратера 4 × 4 мм.

Графит порошок особой чистоты по ГОСТ 23463 или полученный из графитовых стержней особой чистоты.

Натрий хлористый особой чистоты.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, трижды перегнанная или очищенная на ионизационной колонке.

Эфир β β'-дихлордиэтиловый (хлорекс), очищенный следующим образом: в делительной воронке хлорекс трижды промывают раствором соляной кислоты с (HCl)=3 моль/дм<sup>3</sup>, затем дважды водой. После последней промывки оставляют в воронке на ночь для расслаивания. Затем перегоняют дважды в кварцевом аппарате (собирается фракция, кипящая при 175—178 °С. Баня глицериновая).

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062, трижды перегнанная, раствор (HBr)=8 моль/дм<sup>3</sup>. Концентрацию бромистоводородной кислоты устанавливают титрованием раствором гидрата оксида натрия.

Спирт этиловый технический ректифицированный по ГОСТ 18300.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328.

Бром по ГОСТ 4109, перегнаный в кварцевом аппарате на водяной бане при температуре воды (60±5) °С (собирают бром под водой в кварцевой колбочке).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с (HCl)=3 моль/дм<sup>3</sup>.

Фотопластинки спектрографические типов ПФС-02, ПФС-03, ПФС-04, НТ-2СВ и диапозитивные.

Образцы сравнения для метода А. Основной для приготовления образцов сравнения и коллектором примесей служит графит порошок с добавкой 4 % хлористого натрия (при определении цинка и кадмия — 0,1 % хлористого натрия).

Образцы сравнения для метода Б. Основой для приготовления образцов сравнения и коллектором примесей служит графит порошок с добавкой 5 % оксида индия.

Чистоту приготовленной основы проверяют спектральным методом при указанных условиях анализа.

Основной образец готовят внесением в 10 г основы рассчитанного количества растворов — металлов (табл. 1а), приготовленных по приложению 1.