

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
С О Ю З А С С Р

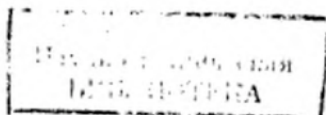
---

**ИНДИЙ**

**ХИМИКО-СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА**

**ГОСТ 12645.8—82**

Издание официальное



БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

## ИНДИЙ

## Химико-спектральный метод определения олова

Indium. Method of chemical and spectral  
analysis for the determination of tinГОСТ  
12645.8—82

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральный метод определения олова в индии при массовой доле олова от  $1 \cdot 10^{-5}$  до  $5 \cdot 10^{-4}$  %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Требования безопасности — по ГОСТ 12645.0.

1.1, 1.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3. (Исключен, Изм. № 1).

Разд. 2. (Исключен, Изм. № 1).

## 3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 с решеткой 600 штр/мм, первый порядок, трехлинзовая система освещения щели.

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

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

Микрофотометр, предназначенный для измерения почернений спектральных линий.

Спектропроектор типа ПС-18.

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

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

Боксы из органического стекла.

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

Станок для заточки угольных электродов типа КП-35 или любого другого типа.

Плитка электрическая нагревательная.

Посуда кварцевая и стеклянная (стаканы, колбы, делительные воронки и т.д.) по ГОСТ 19908.

Ступка из органического стекла с пестиком.

Печь муфельная, позволяющая получать температуру до 500 °С.

Электроды угольные особой чистоты, диаметром 6 мм с размером кратера 4×4. Контрэлектроды угольные, один конец которых заточен на усеченный конус с площадью диаметром 1,5—2,0 мм.

Индий металлический марки Ин000 или Ин000у по ГОСТ 10297.

Олово по ГОСТ 860.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, перегнанная в кварцевом аппарате или очищенная на ионизационной колонке.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:3.

Кислота азотная марки ОС.Ч. 19—4 по ГОСТ 11125.

Кислота хлорная.

Натрий йодистый по ГОСТ 8422.

Бензол по ГОСТ 5955.

Аммиак водный по ГОСТ 24147.

Кислота шавелевая по ГОСТ 22180.

Фотопластинки «спектрографические» типа НТ-2СВ, ПФС-02, ПФС-03.

Раствор индия 100 г/дм<sup>3</sup>: навеску индия массой 2,500 г растворяют в 12,5 см<sup>3</sup> азотной кислоты при нагревании, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Раствор олова 1 г/дм<sup>3</sup>: навеску тонкоизмельченного олова массой 0,100 г растворяют в 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты. После растворения олова в стакан добавляют 20 см<sup>3</sup> воды и 4,000 г шавелевой кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Стакан несколько раз обмывают водой для полного растворения шавелевой кислоты. Промывные воды сливают в ту же мерную колбу и доводят до метки водой.

Примечание. Допускается применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектров и других спектральных приборов, других реактивов и материалов, обеспечивающих получение показателей точности, не уступающих регламентированному настоящим стандартом.

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

#### 4. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

##### 4.1. Образцы сравнения

Основой для приготовления образцов сравнения служит оксид индия: металлический индий марок Ин000 или Ин000у растворяют при нагревании в азотной кислоте, раствор выпаривают досуха и сухой остаток прокалывают сначала на электроплитке, а затем в муфельной печи при температуре 400—500 °С до прекращения выделения паров оксидов азота (30—40 мин). Следует обратить особое внимание на полноту удаления оксидов азота, так как их присутствие в основе увеличивает фон в спектре, что искажает результаты анализа. Содержание олова в основе определяют по методу добавок и затем вводят поправку в образцы сравнения.

4.2. Основной образец с массовой долей олова 0,03 % (в расчете на индий металлический) готовят накапыванием 3 см<sup>3</sup> раствора олова в основу (12,1 г оксида индия). Образец высушивают на электроплитке и в муфельной печи при 300 °С, перетирают в ступке и, при необходимости, анализируют химическим или атомно-абсорбционным методами, перетирают в ступке.

Путем разбавления основного и вновь приготовленных образцов основой получают серию рабочих образцов сравнения, массовая доля олова в которых приведена в таблице.

г

Номер образца	Массовая доля олова, %	Количество разбавляемого образца	Количество основы, необходимое для разбавления
1	$5 \cdot 10^{-3}$	2,000 основного образца	10,000
2	$1 \cdot 10^{-3}$	3,000 образца № 1	12,000
3	$3,3 \cdot 10^{-4}$	3,500 образца № 2	7,000
4	$1 \cdot 10^{-4}$	1,000 образца № 1	9,000

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

#### 5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. Навеску металлического индия массой 1,000 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют под часовым стеклом при нагревании в 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:3). При выпаривании раствора следует по каплям добавлять воду, не допуская выпадения солей. Раствор охлаждают до 30—40 °С, добавляют для окисления двухвалентного олова до четырехвалентного 10 см<sup>3</sup> хлорной кислоты, перемешивают и добавляют 20 г йодистого натрия. После полного растворения йодистого натрия раствор переносят в делительную воронку и встряхивают в течение