

Изменение № 3 ГОСТ 12645.4—77 Индий. Химико-спектральный метод определения алюминия, висмута, кадмия, меди, магния, марганца, никеля, свинца, серебра и цинка

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.03.94 (отчет Технического секретариата № 1)

Дата введения 1997—01—01

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Республика Азербайджан	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Введение. Заменить массовую долю алюминия: 0,00002 на 0,00001;
третий абзац изложить в новой редакции:
«Предлагается два метода.

(Продолжение см. с. 20)

(Продолжение изменения № 3 к ГОСТ 12645.4—77)

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/дм³. 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/дм³. Раствор, содержащий примеси, выпаривают на порошковом графите, содержащем 5 % оксида индия.

Раздел 2. Двадцать шестой абзац. Заменить слова: «П, УФС» на «ПФС-02, ПФС-03, ПФС-04, НТ-2СВ по ТУ 6—43—1475—88»;

двадцать седьмой абзац изложить в новой редакции: «Образцы сравнения для метода А. Основой для приготовления образцов сравнения и коллектором примесей служит графит порошковый 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 порошковый с добавкой 5 % оксида индия.

Чистоту приготовленной основы проверяют спектральным методом при указанных условиях анализа»;

(Продолжение см. с. 21)

таблица 1а. Головка. Заменить слова:

«(основа: С + 4 % NaCl)» на «(основа: С + 4 % NaCl для метода А или С + 5 % оксида индия для метода Б)»;

раздел 2 дополнить абзацами и примечанием:

«Эфир диэтиловый (медицинский).

Индия оксид особой чистоты.

Примечание. Допускается использование плазмы с индуктивной связью в качестве источника возбуждения спектров, а также применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектров и других спектральных приборов, других реактивов и материалов, обеспечивающих получение показателей точности, не уступающих регламентированному настоящим стандартом».

Пункт 3.1. Наименование дополнить словами: «по методу А»; первый абзац до слов «Для получения окрашенного» изложить в новой редакции: «Навеску индия массой 0,500—1,000 г (при определении кадмия и цинка в индии марки Ин000 — массой 2,000 г) помещают в кварцевую чашку вместимостью 20—50 см³, приливают 5 см³ (при навеске индия 2,000 г — 10 см³) раствора бромистоводородной кислоты концентрацией 8 моль/дм³ и растворяют металлы при нагревании на электрической плитке с терморегулятором (температура не должна превышать 90 °С). Полученный раствор выпаривают досуха, остаток растворяют в 7 см³ раствора бромистоводородной кислоты концентрацией 8 моль/дм³, переводят раствор в делительную воронку и смывают остатки раствора со стенок чашки 3 см³ раствора бромистоводородной кислоты. Туда же добавляют 10 см³ (при навеске индия 2,000 г — 20 см³) ββ'-дихлордиэтилового эфира и осторожно встряхивают воронку в течение 1—2 мин. После отстаивания до полного исчезновения пузырьков воздуха водный слой сливают в другую делительную воронку и повторяют еще два раза экстракцию индия 10 см³ ββ'-дихлордиэтилового эфира»;

заменить слова: «Обогащение ведут из четырех параллельных навесок» на «Обогащение ведут из трех, при определении кадмия и цинка — из шести параллельных навесок».

Пункт 3.2.2. Наименование. Исключить слово: «кадмия»;

последний абзац изложить в новой редакции: «В области спектра от 200 до 230 нм используют фотопластинки типов ПФС-03, ПФС-04, НТ-2СВ, в области спектра от 230 до 310 нм — фотопластинки типа ПФС-02, ПФС-03, НТ-2СВ, в области спектра от 310 до 400 нм — фотопластинки типа ПФС-01».

Пункт 3.2.3. Наименование пункта дополнить словами: «и кадмия»;

заменить слова: «типа II» на «типов ПФС-02, ПФС-03, НТ-2СВ».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.3, 3.3.1: «3.3. Химическое концентрирование примесей по методу Б

Навеску индия (перед взвешиванием пробу индия промывают раствором соляной кислоты концентрацией 6 моль/дм³, обмывают деионизированной водой) массой 1,000 г помещают в кварцевую чашку вместимостью 20—50 см³, приливают 5 см³ раствора бромистоводородной кислоты концентрацией 8,5 моль/дм³, накрывают чашку кварцевой крышкой и растворяют при нагревании на элект-

(Продолжение см. с. 22)

трической плитке с терморегулятором (температура не должна превышать 90 °С). Полученный раствор выпаривают досуха, остаток растворяют в 3 см³ раствора бромистоводородной кислоты концентрацией 5 моль/дм³.

Охлажденный раствор переводят в делительную воронку, обмывая чашку 2—3 см³ этого раствора бромистоводородной кислоты. Для экстракции индия в делительную воронку добавляют 5 см³ диэтилового эфира и энергично встряхивают в течение одной минуты. После расслаивания жидкостей водный слой сливают в другую делительную воронку и повторяют экстракцию еще два раза таким же количеством диэтилового эфира.

Кислый раствор переводят в кварцевую чашку, добавляют 50 мг порошкового графита, содержащего 5 % оксида индия, упаривают досуха при температуре около 100 °С под инфракрасной лампой. Полученный сухой остаток передают на спектральный анализ.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт для внесения поправки на загрязнение реактивов в присутствии предварительно очищенного бромида индия. Для этой цели используют получившийся в ходе анализа эфирный экстракт бромида индия, который для полного удаления эфира переводят в кварцевую чашку и выпаривают на водяной бане с горячей водой (не нагревая).

Анализ каждой пробы индия проводят из 3-х параллельных навесок.

3.3.1. Спектральный анализ концентрата примесей

Концентраты, полученные из анализируемой пробы, концентраты контрольного опыта, по 50 мг каждого из образцов сравнения помещают в каналы-графитовых электродов диаметром 4 мм и глубиной 6 мм, предварительно обожженных в дуге постоянного тока силой 15 А в течение 15 с.

Источником возбуждения спектров служит дуга постоянного тока силой 15 А. Спектры фотографируют на спектрографе типа ДФС-8. Экспозиция 45 с».

Пункт 4.1. Первый абзац до слов «На спектрограммах» изложить в новой редакции: «Спектры каждой пробы и контрольного опыта фотографируют при концентрировании по методу А по шесть раз, при концентрировании по методу Б и образцов сравнения — по три раза на одной пластинке».

Пункт 4.3 изложить в новой редакции:

«4.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, полученных на одной фотопластинке (каждое параллельное определение из двух спектрограмм при концентрировании по методу А, из одной спектрограммы — по методу Б).

Разность между наименьшим и наибольшим из трех результатов параллельных определений с доверительной вероятностью $P' = 0,95$ не должна превышать значения допустимого расхождения d , рассчитанного по формулам:

1. По методу А:

$d = 0,4 \bar{x}_n$ — при определении меди (от $5 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %), серебра (от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %) и цинка (от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ %);

(Продолжение см. с. 23)

$d = 0,5 \bar{x}_n$ — при определении алюминия, висмута, кадмия, магния, марганца, серебра (от $8 \cdot 10^{-7}$ до $5 \cdot 10^{-5}$ %), цинка (от $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %); никеля и свинца.

2. По методу Б:

$d = 0,5 \bar{x}_n$ — при определении висмута, никеля, серебра и цинка;

$d = 0,8 \bar{x}_n$ — при определении магния, кадмия, марганца, свинца и алюминия:

где \bar{x}_n — среднее арифметическое трех результатов параллельных определений.

Разность между результатами двух анализов одной и той же пробы с доверительной вероятностью $P' = 0,95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения D , рассчитанного по формулам:

1. По методу А:

$D = 0,4 \bar{X}_a$ — при определении меди (от $5 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %), цинка (от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ %), серебра (от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %);

$D = 0,5 \bar{X}_a$ — при определении алюминия, висмута, кадмия, марганца, серебра (от $8 \cdot 10^{-7}$ до $5 \cdot 10^{-5}$ %), цинка (от $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %); никеля и свинца.

2. По методу Б:

$D = 0,5 \bar{X}_a$ — при определении висмута, никеля, серебра и цинка;

$D = 0,8 \bar{X}_a$ — при определении меди, магния, кадмия, марганца, свинца и алюминия,

где \bar{X}_a — среднее арифметическое двух результатов анализа».

(ИУС № 9 1996 г.)