



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

**ИНДИЙ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА**

**ГОСТ 12645.6—77**

Издание официальное

Б 3 8 — 97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

## ИНДИЙ

## Методы определения железа

Indium. Methods for determination  
of ironГОСТ  
12645.6—77

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.78

Настоящий стандарт устанавливает визуально-колориметрический метод определения железа в индии при массовой доле железа от  $1 \cdot 10^{-5}$  до  $1 \cdot 10^{-4}$  и фотоколориметрический метод определения железа при массовой доле железа от  $1 \cdot 10^{-4}$  до  $8 \cdot 10^{-3}$  %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ВИЗУАЛЬНО-КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА В ИНДИИ

## 2.1. Сущность метода

Метод основан на свойстве ионов трехвалентного железа образовывать с роданидом комплексное соединение красного цвета, интенсивность которого в органическом слое сравнивается со шкалой сравнения.

## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Посуда кварцевая по ГОСТ 19908.

Цилиндры для фотометрирования с притертой пробкой высотой 18 см и диаметром 1 см.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, разбавленная 1 : 1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, раствор 30 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125, разбавленная 1 : 1 и 1 : 9, прокипяченная для удаления окислов азота.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор 500 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,100 г железного порошка растворяют в 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, прибавляют 25 см<sup>3</sup> воды и нагревают до кипения. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу, вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1 : 9.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б: 2 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят до метки водой.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,2 мкг железа.

Раствор Б готовят в день применения.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



© Издательство стандартов, 1977  
© ИПК Издательство стандартов, 1998  
Переиздание с Изменениями

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дважды перегнанная в кварцевом аппарате.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849.

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

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску индия массой 1,000 г помещают в кварцевую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют при умеренном нагревании плитки, покрытой кварцевом кожухом, в 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, прибавляют две капли раствора пероксида водорода, 5 см<sup>3</sup> воды и кипятят до разрушения пероксида водорода.

Переводят раствор в цилиндр с притертой пробкой высотой 18 см и диаметром 1 см, обмывают стенки колбы водой и доводят объем до 10 см<sup>3</sup>.

Приливают 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1 : 9, 2 см<sup>3</sup> раствора роданистого аммония, 2 см<sup>3</sup> изоамилового спирта, закрывают цилиндр пробкой и встряхивают 10 с.

Полученную окраску в органическом слое сравнивают (сбоку) со шкалой сравнения.

Одновременно проводят контрольный опыт, причем соляную кислоту, которая в пробе расходует на разложение навески, в контрольном опыте выпаривают досуха и далее ведут анализ, как указано выше.

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

### 2.3.2. Приготовление шкалы сравнения

В ряд цилиндров с притертой пробкой высотой 18 см и диаметром 1 см вводят от 0,5 до 3,5 см<sup>3</sup> с интервалом 0,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует содержанию железа от 0,1 до 0,7 мкг с интервалом в 0,1 мкг.

Затем приливают до 10 см<sup>3</sup> воды, 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1 : 9, 2 см<sup>3</sup> раствора роданистого аммония, 2 см<sup>3</sup> изоамилового спирта и встряхивают 10 с.

Шкалу готовят одновременно с анализом проб. Шкала устойчива в течение 20—30 мин.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю железа ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m \cdot 10000},$$

$m_1$  — количество железа во взятой навеске, мкг;

$m_2$  — количество железа в растворе контрольного опыта, мкг;

$m$  — масса навески индия, г.

2.4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений.

Разность между наибольшим и наименьшим из трех результатов параллельных определений с доверительной вероятностью  $P = 0,95$  не должна превышать значений допускаемого расхождения  $d_n$  трех результатов параллельных определений, рассчитанных по формулам:

$d_n = 0,5 \bar{x}_n$  для массовой доли железа от  $1 \cdot 10^{-5}$  до  $5 \cdot 10^{-5}$  %;

$d_n = 0,3 \bar{x}_n$  для массовой доли железа от  $5 \cdot 10^{-5}$  до  $1 \cdot 10^{-4}$  %,

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

Разность между большим и меньшим из двух результатов анализа одной и той же пробы с доверительной вероятностью  $P = 0,95$  не должна превышать значений допускаемого расхождения  $d$  двух результатов анализа, рассчитанных по формулам:

$d_n = 0,6 \bar{x}_n$  для массовой доли железа от  $1 \cdot 10^{-5}$  до  $5 \cdot 10^{-5}$  %;

$d_n = 0,4 \bar{x}_n$  для массовой доли железа от  $5 \cdot 10^{-5}$  до  $1 \cdot 10^{-4}$  %,

где  $\bar{x}_n$  — среднее арифметическое двух сопоставляемых результатов анализа.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

## 3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА

### 3.1. Сущность метода

Метод основан на свойстве ионов трехвалентного железа образовывать комплексное соединение с роданидом и измерении оптической плотности окрашенного комплекса в области длин волн 500—520 нм.

### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектродетектор.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1 : 1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, разбавленная 1 : 9, прокипяченная для удаления оксидов азота.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор 500 г/дм<sup>3</sup>.

Стандартные растворы железа.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г железного порошка растворяют в 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, прибавляют 25 см<sup>3</sup> воды и нагревают до кипения. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1 : 9.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг железа.

Раствор В; готовят следующим образом: 4 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1 : 9.

1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 4 мкг железа.

Раствор В готовят в день применения.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дважды перегнанная в кварцевом аппарате.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849.

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

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску индия массой 1,000 г помещают в колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, растворяют в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, приливают две капли пероксида водорода и выпаривают до небольшого объема.

Раствор после растворения навески индия с массовой долей железа  $X \cdot 10^{-3}$  % переводят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и берут аликвотную часть 5 см<sup>3</sup>, которую помещают в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Раствор после растворения навески индия с массовой долей железа  $X \cdot 10^{-4}$  % помещают в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Далее анализ ведут одинаково.

Приливают 2,5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1 : 9, 3 см<sup>3</sup> раствора роданистого аммония, 12 см<sup>3</sup> ацетона, доводят до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 500—520 нм, в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит вода.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт с реактивами для внесения в результат анализа соответствующей поправки.

Количество железа в колориметрируемом объеме устанавливают по градуировочному графику.

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

### 3.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 25 см<sup>3</sup> помещают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, что соответствует 0, 2, 4, 6, 8 и 10 мкг железа, приливают по 2,5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1 : 9, 3 см<sup>3</sup> раствора роданистого аммония, 12 см<sup>3</sup> ацетона, доводят до метки водой и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им содержаниям железа строят градуировочный график.

### 3.4. Обработка результатов

Массовую долю железа ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \cdot 10000},$$

где  $m_1$  — количество железа, найденное по градуировочному графику, мкг, за вычетом контрольного опыта;

$V$  — объем мерной колбы для разбавления, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, взятый для колориметрирования, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески индия, г.

3.4.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

#### С. 4 ГОСТ 12645.6—77

Разность между наибольшим и наименьшим из трех результатов параллельных определений с доверительной вероятностью  $P = 0,95$  не должна превышать значения допускаемого расхождения  $d_n$  трех результатов параллельных определений, рассчитанного по формуле

$$d_n = 0,3 \bar{x}_n,$$

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

Разность между ббльшим и меньшим из двух результатов анализа одной и той же пробы с доверительной вероятностью  $P = 0,95$  не должна превышать значения допускаемого расхождения  $d_a$  двух результатов анализа, рассчитанного по формуле

$$d_a = 0,4 \bar{x}_a,$$

где  $\bar{x}_a$  — среднее арифметическое двух сопоставляемых результатов анализа.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

А.П. Сычев, Л.К. Ларина (руководитель темы), М.Г. Саюн (руководитель темы),  
В.Н. Макарецва, Н.С. Беленкова, Е.В. Лисицина, Н.А. Романенко, В.А. Колесникова

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 08.07.77 № 1715

Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.03.94 (отчет Технического секретариата № 1).

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|--------------------------|---|
| Республика Азербайджан   | Азгосстандарт                                       |
| Республика Белоруссия    | Госстандарт Белоруссии                              |
| Республика Казахстан     | Госстандарт Республики Казахстан                    |
| Республика Молдова       | Молдовастандарт                                     |
| Российская Федерация     | Госстандарт России                                  |
| Туркменистан             | Главная государственная инспекция Туркменистана     |
| Республика Узбекистан    | Узгосстандарт                                       |
| Украина                  | Госстандарт Украины                                 |

## 3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка* | Номер пункта, подпункта |
|--|-------------------------|
| ГОСТ 2603—79                             | 3.2                     |
| ГОСТ 4461—76                             | 3.2                     |
| ГОСТ 5830—79                             | 2.2                     |
| ГОСТ 6709—72                             | 2.2, 3.2                |
| ГОСТ 9849—86                             | 2.2, 3.2                |
| ГОСТ 10929—76                            | 2.2, 3.2                |
| ГОСТ 11125—84                            | 2.2, 3.2                |
| ГОСТ 12645.0—83                          | 1.1                     |
| ГОСТ 14261—77                            | 2.2, 3.2                |
| ГОСТ 19908—90                            | 2.2                     |
| ГОСТ 22306—77                            | 1.1                     |
| ГОСТ 27067—86                            | 2.2, 3.2                |

## 4. Ограничение срока действия снято по протоколу 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)

## 5. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1983 г., декабре 1987 г., июне 1996 г. (ИУС 5—83, 3—88, 9—96)

Редактор *В.Н. Копылов*  
Технический редактор *О.Н. Власова*  
Корректор *В.Е. Нестерова*  
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартыановой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.02.98. Подписано в печать 07.04.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,50. Тираж 114 экз.  
С/Д 4391. Зак. 94.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.  
Пар № 080102