ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ

ГОСТ 12645.10—86

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Изменение № 1 ГОСТ 12645.10—86 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке 15.04.94 (отчет Технического секретариата № 2)

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

УДК 669.872:546.22.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

Метод определения серы

ГОСТ 12645.10—86*

Indium.
Method for determination of sulphur

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.10.86 № 3188 дата введения установлена 01.01.88

Ограничение срока действия снято по протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

1а. Область применения

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения серы (при массовой доле серы от $5 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %) в индии марки Ин 000.

Метод основан на восстановлении соединений серы до сероводорода, оттонке и поглощении его раствором щелочи в присутствии гидроксиламина и трилона Б и полярографировании раствора, содержащего сульфид-ионы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22306 · 77 с дополнениями.

1.1.1. Массовую долю каждого элемента в индии определяют в двух параллельных навесках.

1.1.2. Контроль точности анализа осуществляют методом варьирования навесок или методом добавок. Контроль точности анализа проводят одновременно с анализом проб при смене реактивов, аппаратуры, а также после длительного перерыва в работе.

1.1.2.1. При контроле точности методом варьирования навесок анализ проводят по настоящей методике из навесок 1 и 2 г индия. Результат анализа считают правильным, если разность результатов анализов, полученных из разных навесок, не превышает допускаемых расхождений, приведенных в таблице

1.1.2.2. Контроль точности по методу добавок проводят в соответствии с ГОСТ 25086—87.

В качестве добавки используют растворы серной кислоты, содержащие 0,1 и 1 мкг/см³ серы, приготовленные на бидистиллированной воде в день применения. Процедуру проводят как указано в разд. 5.

Для пробы с массовой долей серы $5 \cdot 10^{-6}$ % и более добавка должна быть не меньше массовой доли серы в пробе и не больше удвоенной массовой доли серы в пробе. Массовая доля серы в пробе с добавкой должна быть не менее чем $1 \cdot 10^{-5}$ % и не более чем $3 \cdot 10^{-4}$ %.

Величину добавки определяют по разности $\overline{C}_2 - \overline{C}_1$, где $\overline{C}_1$ и $\overline{C}_2$ — результаты анализа пробы C_1 и пробы с добавкой C_2, рассчитанные как среднее арифметическое двух определений, расхождения между которыми не должны превышать допускаемой величины, указанной в стандарте.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

*Переиздание (март 1998 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1996 г. (ИУС 9 - 96)

© Издательство стандартов, 1986
© ИПК Издательство стандартов, 1998

Результат анализа считают правильным, если найденная величина добавки $\overline{C}_2 - \overline{C}_1$ отличается от расчетного значения добавки на величину не более чем на $0{,}71 \cdot \sqrt{d_1^2 + d_2^2}$, где d_1 и d_2 – допускаемые расхождения результатов анализа серы в пробе C_1 и в пробе с добавкой C_2.

1.1.1–1.1.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Требования безопасности – по ГОСТ 12645.8—82 с дополнениями.

2.1.1. Индий (оксид) согласно ГОСТ 12.1.005—88 относится к веществам третьего класса опасности и имеет предельно допустимую концентрацию (ПДК) 4 мг/м^3. Индий вызывает боли в суставах, костях, разрушение зубов, нервные и желудочно-кишечные расстройства, боль в области сердца и общую слабость.

Контроль за содержанием индия в воздухе рабочей зоны должен проводиться по методикам, разработанным в соответствии с ГОСТ 12.1.016–79 и утвержденным органами здравоохранения. Периодичность контроля устанавливается в соответствии с ГОСТ 12.1.005—88.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1.2. Выполнение анализов с использованием ртути проводят в соответствии с санитарными правилами проектирования, оборудования, эксплуатации и содержания производственных и лабораторных помещений, предназначенных для проведения работ с ртутью, ее соединениями и приборами со ртутным заполнением, утвержденными Минздравом СССР.

2.1.3. При использовании газов в баллонах должны соблюдаться требования безопасности в соответствии с «Правилами по устройству и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденными Госгортехнадзором СССР.

2.1.4. Пожарная безопасность лабораторных помещений должна обеспечиваться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004—91. Помещения химической лаборатории должны быть оснащены средствами огнетушения (огнетушитель с углекислотой, листовой асбест, песок).

3. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Полярограф переменного тока типа ППТ-1 или универсальный полярограф ПУ-1.

Установка для восстановления соединений серы и отгонки сероводорода. (Допускается применение обратного холодильника и приемника любых конструкций, обеспечивающих полное поглощение сульфид-ионов)

Электроплитка по ГОСТ 14919–83.

Электролизер с внешним анодным отделением (анодное отделение над ртутью заполняют ежедневно насыщенным раствором хлористого калия).

Аргон по ГОСТ 10157—79

Чашка кварцевая по ГОСТ 19908–90 вместимостью 50 см^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118–77

Кислота азотная по ГОСТ 4461–77, перегнанная.

Кислота серная по ГОСТ 4204–77, разбавленная 1:6, и раствор 0,05 моль/дм^3, приготовленный из стандарт-титра

Кислота иодистоводородная по ГОСТ 4200—77.

Калий иодистый по ГОСТ 4232–74.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, перекристаллизованный, насыщенный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, растворы 100 и 250 г/дм^3.

Медь двухлористая 2-водная по ГОСТ 4167—74.

Натрий сернистый по ГОСТ 2053—77

Натрий фосфорноватистокислый по ГОСТ 200—76.

Калий фосфорноватистокислый.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456–79, раствор: 69,5 г гидроксиламина гидрохлорида разбавляют бидистиллированной водой до 1 дм^3.

Соль динатриевая этилендиамин- N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652–73

Ртуть по ГОСТ 4658–73.

Пирогаллол А, раствор 250 г/дм^3 в растворе 250 г/дм^3 гидроокиси натрия.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, дополнительно перегнанная в кварцевом аппарате с добавлением марганцовокислого калия.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Щелочная смесь, выдержанная не менее 2 сут; в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 приливают 600 см^3 свежепрокипяченной и охлажденной бидистиллированной воды, прибавляют 112 г гидроокиси калия, перемешивают до растворения, раствор охлаждают и порциями прибавляют к нему 100 г трилона Б при перемешивании, разбавляют до 1 дм^3 свежепрокипяченной бидистиллированной водой, перемешивают и закрывают притертой пробкой.

Полярографический фон: 120 см^3 щелочной смеси помещают в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см^3, приливают 25 см^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида, 100 см^3 бидистиллированной воды и перемешивают. Фон может быть использован в течение 3 сут.

Восстановительную смесь готовят двумя методами:

Метод 1.

В реакционную колбу приливают 730 см^3 раствора соляной кислоты (1,2:1), прибавляют 444 г иодистого калия, 150 г фосфорноватистокислого натрия (или 173 г фосфорноватистокислого калия), 250 мг двухлористой меди, перемешивают, устанавливают обратный холодильник и кипятят в течение 5—6 ч с продувкой аргоном со скоростью 20—25 пузырьков в 10 с. Аргон предварительно очищают пропусканием через три склянки Дрекселя с раствором пирогаллола 250 г/дм^3 в растворе гидроокиси калия 250 г/дм^3. При охлаждении из восстановительной смеси должен выделяться осадок солей (отсутствие осадка свидетельствует о недостаточной концентрации соляной кислоты). Восстановительную смесь сливают с осадка солей и хранят в склянке с притертой пробкой в затемненном боксе.

Метод 2.

Смешивают 300 см^3 соляной, 500 см^3 иодистоводородной кислот, 150 г фосфорноватистокислого натрия (или 173 г фосфорноватистокислого калия), 250 мг двухлористой меди, приливают 200 см^3 бидистиллированной воды и перемешивают. Очистку смеси от серы производят, как указано выше.

Стандартные растворы сульфатной серы

Раствор А: 6,25 см^3 раствора серной кислоты 0,05 моль/дм^3 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки свежепрокипяченной бидистиллированной водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 100 мкг серы.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки свежепрокипяченной бидистиллированной водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 10 мкг серы.

Раствор В: 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки свежепрокипяченной бидистиллированной водой и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 1 мкг серы.

Раствор В^1: 10 см^3 раствора В помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки свежепрокипяченной бидистиллированной водой и перемешивают.

1 см^3 раствора В^1 содержит 0,1 мкг серы.

Растворы Б, В, В^1 готовят в день употребления.

Стандартные растворы сульфидной серы

Раствор Г: 75 мг кристаллического сернистого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают полярографический фон до метки и перемешивают до растворения соли.

1 см^3 раствора Г содержит 100 мкг серы.

Раствор Д: 10 см^3 раствора Г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки полярографическим фоном и перемешивают.

1 см^3 раствора Д содержит 10 мкг серы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4.1. Сборка установки

Собирают установку для восстановления и отгонки серы в соответствии с чертежом. Затем в склянки Дрекселя вместимостью 200 см^3 *1—3* заливают по 150 см^3 щелочного раствора пирогаллола, в склянку вместимостью 200 см^3 с дибистиллятом *4* — раствор гидроокиси натрия 250 г/дм^3, в

склянку *11* — дистиллированную воду, *5* и *10* предохранительные склянки. В приемник длиной 250 мм *9* заливают 5 см^3 фонового электролита. Штуцер манометра баллона с аргоном соединяют со склянкой *1* резиновым шлангом, предварительно прокипяченным в растворе гидроокиси натрия 100 г/дм^3 и промытым дистиллированной водой. Склянки *1—5, 10* и *11*, реакционную колбу *7* и приемник *9* соединяют хлорвиниловыми шлангами. Обратный холодильник *8* соединяют с водопроводным краном эластичным резиновым шлангом.

4.2. Проверка герметичности установки

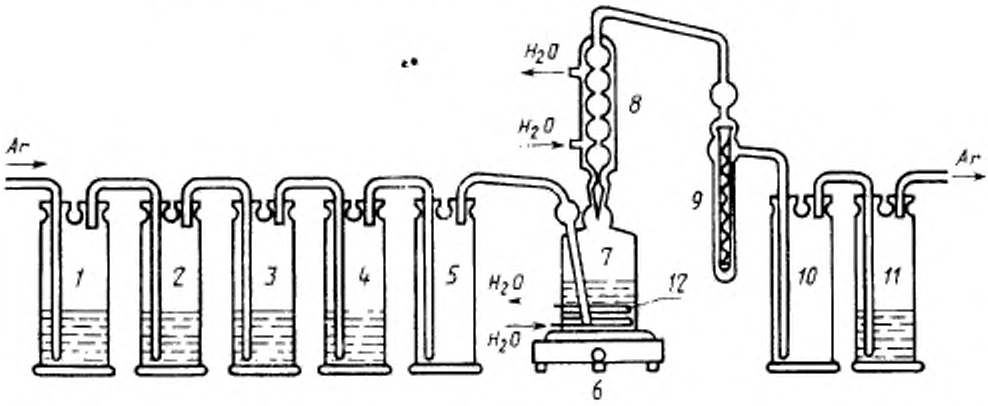
В реакционную колбу *7* заливают 150 см^3 предварительно очищенной восстановительной смеси, а в приемник *9* — 5 см^3 полярографического фона. Через установку пропускают поток аргона со скоростью 15—20 пузырьков в 10 с, предварительно пропустив холодную воду через обратный холодильник. О герметичности установки судят по совпадению скорости прохождения пузырьков аргона в склянке Дрекселя 1 и в приемнике *9*. Если шлифы негерметичны, их пришлифовывают тонким порошком абразива.

Затем через шлиф пробки реакционной колбы с помощью пипетки вводят 0,2 см^3 стандартного раствора Б сульфатной серы. Сероводород отгоняют в течение 35—40 мин с момента включения электроплитки.

Приемник серы отсоединяют от установки, содержимое приемника заливают в электролизер и регистрируют полярограмму раствора при катодной поляризации от минус 0,45 до минус 0,9 В (по отношению к насыщенному каломельному электроду).

Высоту пика серы на полярограмме раствора в приемнике сопоставляют с высотой пика стандартного раствора сульфидной серы Д (для получения этого раствора 0,2 см^3 стандартного раствора сульфидной серы Д разбавляют полярографическим фоном до 5 см^3).

Установка для восстановления соединений серы и отгонки сероводорода



Разность высот пиков обоих растворов не должна превышать 10 % отн. В противном случае проверяют герметичность установки и повторяют определение.

4.3. Проведение контрольного опыта

Реакционную колбу *7*, обратный холодильник *8* и приемник для улавливания сероводорода *9* промывают соляной кислотой и свежепрокипяченной бидистиллированной водой, заливают 150 см^3 восстановительной смеси. Закрепляют в горловину реакционной колбы холодильник. В приемник заливают 5 см^3 полярографического фона, вставляют в приемник конус газоотводной трубки, соединяют тубус приемника с предохранительной склянкой *10* и пропускают через установку аргон со скоростью 30—35 пузырьков в 10 с. Подключают холодильник к водопроводу и, спустя 5—10 мин, включают электроплитку *6*. С момента закипания отгонку продолжают 30 мин.

После окончания отгонки сероводорода приемник отсоединяют от установки, содержимое заливают в электролизер и снимают полярограмму раствора, как указано в п. 4.2.

В аналогичных условиях проводят полярографирование растворов, полученных восстановлением сульфатной серы, и вычисляют поправку контрольного опыта по формуле

$$m_к = \frac{m \cdot H_к}{H},$$

где m — масса серы в стандартном сульфатном растворе сравнения, мкг;

$H_к$ — высота пика серы в контрольном опыте, мм;

H — высота пика серы в растворе сравнения, мм.

Содержание серы в контрольном опыте должно быть меньше 0,05 мкг. Если контрольный опыт больше — опыт по отгонке серы из той же порции восстановительной смеси повторяют, предварительно промыв патрубок приемника и приемник свежепрокипячённой дистиллированной водой. Значение контрольного опыта проверяют ежедневно перед началом работы и после каждого перехода от отгонки больших количеств серы к отгонке малых количеств серы.

Порция восстановительной смеси 150 см^3 может быть использована для анализа 6—8 проб индия (6—8 г).

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

После проведения контрольного опыта промывают патрубок приемника *9* прокипяченной дистиллированной водой без отключения тока аргона. Реакционную колбу *7* охлаждают, пропуская воду через змеевик *12*, и заливают в приемник *9* 5 см^3 полярографического фона. Затем в реакционную колбу помещают 1,000 г мелконарезанного индия (предварительно обрабатывают азотной кислотой (1:6) 30 с и ацетоном при комнатной температуре в кварцевой чашке), присоединяют обратный холодильник *8*, приемник *9* с предохранительной склянкой *10*, включают электроплитку *6* и вытесняют кислород аргоном из системы в течение 30 мин. При этом наблюдается выделение водорода, получающегося при растворении индия в восстановительной смеси. Скорость прохождения газов через приемник 20 пузырьков в 10 с. Ток аргона не прекращают до полного растворения индия в восстановительной смеси. После растворения индия раствор нагревают до кипения и продолжают отгонку серы в течение 30 мин.

Приемник серы отсоединяют от установки, содержимое заливают в электролизер и проводят полярографирование растворов как указано в п. 4.2.

Промывают патрубок и приемник два раза прокипяченной дистиллированной водой, охлаждают реакционную колбу, в приемник заливают 5 см^3 полярографического фона, вводят 0,5—5,0 см^3 стандартного раствора В[1] или 0,5—1,0 см^3 раствора В серы сульфатной (в зависимости от содержания серы в анализируемой пробе) и проводят отгонку серы в виде сероводорода, как указано выше.

Приемник отсоединяют от установки и проводят полярографирование полученного раствора сравнения как указано в п. 4.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. Массовую долю серы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot (H_{пр} - H_к)}{H_{ст} \cdot m} \cdot 10^{-4},$$

где m_1 — масса серы в растворе сравнения, мкг;

$H_{пр}$ — высота пика серы раствора пробы, мм;

$H_к$ — высота пика серы, полученного в контрольном опыте, мм;

$(H_{ст} - H_к)$ — высота пика серы раствора сравнения, мм,

m — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.2. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов при доверительной вероятности P=0,95 не должно превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля серы, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
$5 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$
$1 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-6}$
$2 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-5}$
$4 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
$1 \cdot 10^{-4}$	$0{,}3 \cdot 10^{-4}$

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей серы рассчитывают методом линейной интерполяции.

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.02.98. Подписано в печать 01.04.98. Усл.печ.л. 0,93. Уч. изд.л. 0,67
Тираж 117 экз. С 360 Зак. 241.

gost.e-ecolog.ru

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