МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИНДИЯ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344.6-15:546.682.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

Метод определения индия

Zinc concentrates. Method for the determination of indium

ГОСТ 14048.17—77

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30.03.77 № 810 дата введения установлена

01.07.78

Настоящий стандарт распространяется на цинковые концентраты всех марок и устанавливает полярографический метод определения индия.

Метод основан на полярографическом определении индия в хлоридно-бромидной среде после предварительного отделения его экстракцией из раствора, содержащего 4,5 моль/дм^3 бромистоводородной кислоты.

При отсутствии в пробе олова в виде касситерита разложение навески пробы проводят кислотами, а при наличии касситерита — щелочным сплавлением.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по стандартизованной и аттестованной методикам, не реже одного раза в квартал, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе в соответствии с ГОСТ 14048.2.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 25363 с дополнениями:

- при проведении анализа используются реактивы, оказывающие вредное воздействие на организм человека: кислоты, аммиак, бутилацетат, пероксид водорода, треххлористый титан, фтористый аммоний, пероксид натрия, ртуть, дигидрохлорид гидразина. При работе с названными веществами необходимо руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативно-технической документации на их изготовление и применение;
- содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны (паров кислот, аммиака, бутилацетата, ртути, аэрозолей реактивов, сероводорода, тетрафторида кремния), выделяющихся в ходе анализа, не должны превышать предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005; контроль следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Минздравом СССР, или по ГОСТ 12.1.016;
- выполнение анализов с использованием ртути должно производиться в соответствии с санитарными правилами проектирования, эксплуатации и содержания производственных лабораторных помещений, предназначенных для проведения работ с ртутью, ее соединениями и приборами с ртутным заполнением.

Разд. 1а. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

полярограф;

электропечь муфельную, обеспечивающую температуру нагрева до 800 °С;

кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1:2;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:1 и 1:10;

кислоту бромистоводородную по ГОСТ 2062 и раствор 4,5 моль/дм³ (4,5 М);

кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;

аммиак водный по ГОСТ 3760;

бутиловый эфир уксусной кислоты (бутилацетат) по ГОСТ 22300;

водорода пероксид по ГОСТ 10929;

титан треххлористый;

аммоний фтористый по ГОСТ 4518;

гидразин дигидрохлорид по ГОСТ 22159;

калий бромистый по ГОСТ 4160 и раствор 300 г/дм³;

натрий хлористый по ГОСТ 4233;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83;

натрия пероксид;

индий марки Ин0 по ГОСТ 10297;

электролит фоновый; готовят следующим образом: в склянку вместимостью 1 дм³ помещают 100 г хлористого натрия, 50 г бромистого калия, 5 г гидразина дигидрохлорида, 100 см³ соляной кислоты, доливают водой до объема 1 дм³ и перемешивают до растворения солей;

стандартные растворы индия:

раствор А; готовят следующим образом: 1 г индия растворяют при нагревании в 20 см³ разбавленной 1:2 азотной кислоты и раствор выпаривают досуха. Затем приливают 10 см³ соляной кислоты и снова выпаривают почти досуха. Операцию выпаривания с соляной кислотой повторяют. Далее приливают 200 см³ фонового электролита, нагревают до растворения соли, раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 1 мг индия;

раствор Б; готовят следующим образом: отмеривают бюреткой 50 см³ стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг индия;

растворы с известным содержанием индия; готовят следующим образом: в 8 мерных колб вместимостью по 200 см³ отмеривают бюреткой 1, 2, 4 и 6 см³ стандартного раствора Б и затем 1, 2, 3 и 4 см³ стандартного раствора А, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают. Растворы соответственно содержат 0,5; 1; 2; 3; 5; 10; 15 и 20 мг/дм³ индия.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Для цинковых концентратов, не содержащих олово в виде касситерита

3.1.1. Масса навески концентрата и вместимость мерных колб, применяемых для разведения раствора перед полярографированием, указаны в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля индия в цинковых концентратах, %	Масса навески, г	Вместимость мерных колб, применяемых для разведения раствора перед полярографированием
От 0,0005 до 0,001	1,0000	10—25
Св. 0,001 » 0,005	1,0000	25—50
» 0,005 » 0,05	0,5000	25—50
» 0,05 » 0,1	0,5000	50—100

3.1.2. Навеску пробы помещают в коническую колбу вместимостью 100—250 см³, смачивают водой, прибавляют 0,3—0,5 г фтористого аммония, перемешивают, приливают 10 см³ соляной кислоты, нагревают 7—8 мин, приливают 3—5 см³ азотной кислоты и раствор выпаривают до влажных солей. К остатку приливают 10 см³ бромистоводородной кислоты и снова выпаривают до влажных солей. К остатку приливают 20 см³ 4,5 М бромистоводородной кислоты, нагревают до

растворения солей, охлаждают, прибавляют по каплям раствор треххлористого титана до обесцвечивания и в избыток до четкой сиреневой окраски. Если в растворе присутствуют селен и теллур, то они выделяются в осадок. Раствор фильтруют через сухой фильтр из ваты, собирая фильтрат в делительную воронку вместимостью 100—120 см³. Фильтр промывают 4 раза порциями по 3—4 см³ 4,5 М бромистоводородной кислоты, присоединяя промывные воды к фильтрату. К фильтрату в делительной воронке приливают 20 см³ бутилацетата и экстрагируют при умеренном встряхивании воронки в течение 1 мин. После расслоения водный слой сливают через кран и отбрасывают, а органический — промывают два раза по 10 см³ 4,5 М бромистоводородной кислоты, встряхивая воронку каждый раз по 15 с.

К промытому экстракту приливают 10 см³ разбавленной 1:10 соляной кислоты и встряхивают в течение 1 мин. Реэкстракцию индия соляной кислотой повторяют. К объединенному реэкстракту в широкогорлой конической колбе вместимостью 100 см³ приливают 2 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты, 1 см³ бромистоводородной кислоты и выпаривают до паров серной кислоты. Затем приливают 4—5 капель пероксида водорода и продолжают выпаривать до почти полного удаления серной кислоты. К остатку приливают 10—25 см³ фонового электролита, нагревают до кипения, охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 1, доливают до метки фоновым электролитом, перемешивают и проводят полярографирование индия при потенциале пика минус 0,6 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

Одновременно проводят полярографирование растворов с известным содержанием индия.

3.1.1, 3.1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.2. Для цинковых концентратов, содержащих олово в виде касситерита

3.2.1. Навеску концентрата массой 0,5 г помещают в никелевый тигель вместимостью 40—45 см³, на дно которого предварительно насыпают 1 г пероксида (перекиси) натрия и 2 г углекислого натрия. Затем содержимое тигля перемешивают железной проволочкой и сверху насыпают 2 г пероксида (перекиси) натрия. Тигель ставят в муфельную электропечь, сначала на край для подсушки, а затем перемещают его в зону с температурой 650—700 °С и ведут сплавление в течение 8—10 мин. Плав должен быть жидким, однородным и прозрачным. Тигель охлаждают, погружая его на $^2/_3$ в стакан с холодной водой. Затем тигель помещают в стакан вместимостью 450—500 см³, в который предварительно налито 100—200 см³ воды, и закрывают часовым стеклом. После прекращения бурной реакции стекло споласкивают водой, извлекают тигель из стакана и также споласкивают его водой.

В стакан с содержимым приливают при перемешивании соляную кислоту до растворения осадка гидроксидов металлов, приливают аммиак до выделения в осадок гидроксидов железа и индия и в избыток 20 см³. Осадок коагулируют при слабом нагревании в течение 20 мин, отфильтровывают его на фильтр средней плотности, промывают три раза горячей водой, смывая осадок в конус фильтра, и 2 раза по 10 см³ горячим раствором бромистого калия. Жидкости дают стечь, затем разворачивают фильтр над другим стаканом и смывают осадок с фильтра 25 см³ 4,5 М бромистоводородной кислоты. Раствор переливают в делительную воронку вместимостью 100—120 см³, споласкивают стакан 5 см³ 4,5 М бромистоводородной кислоты, приливают 30 см³ бутилацетата и экстрагируют, а затем полярографируют индий, как указано в п. 3.1.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Для цинковых концентратов, содержащих кислоторастворимые соединения индия и олова в виде касситерита

3.3.1. Навеску концентрата массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, смачивают водой, перемешивают, приливают 10 см³ соляной кислоты, раствор выпаривают до влажных солей и далее поступают, как указано в п. 3.1.2.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю индия в цинковых концентратах (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot V \cdot 100}{K \cdot m \cdot 10^6},$$

где H — высота волны индия анализируемого раствора за вычетом высоты волны индия контрольного опыта, мм;

V — вместимость мерной колбы для разбавления раствора пробы, см³;

K — среднее значение отношений высот волн, полученных при полярографии растворов с известным содержанием индия, к концентрациям этих же растворов, $\frac{\text{мм}}{\text{мг/дм}^3}$;

m — масса навески, г.

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля индия, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0003	0,0004
Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,0004	0,0005
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0005	0,0006
» 0,0050 » 0,0080 »	0,0010	0,0015
» 0,0080 » 0,010 »	0,002	0,003
» 0,010 » 0,020 »	0,003	0,004
» 0,020 » 0,050 »	0,004	0,005
» 0,050 » 0,100 »	0,008	0,010

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИК

В.И. Лысенко

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30.01.77 № 810

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.005—88	1а.1	ГОСТ 4461—77	2.1
ГОСТ 12.1.016—79	1а.1	ГОСТ 4518—75	2.1
ГОСТ 83—79	2.1	ГОСТ 10297—94	2.1
ГОСТ 2062—77	2.1	ГОСТ 10929—76	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1	ГОСТ 14048.2—78	1.2
ГОСТ 3760—79	2.1	ГОСТ 22159—76	2.1
ГОСТ 4160—74	2.1	ГОСТ 22300—76	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1	ГОСТ 25363—82	1а.1
ГОСТ 4233—77	2.1	ГОСТ 27329—87	1.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в январе 1983 г., марте 1991 г. (ИУС 5—83, 6—91)

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 25.03.99. Подписано в печать 26.04.99. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,53. Тираж 120 экз. С2697. Зак. 364.

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

gost.e-ecolog.ru