МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГАЛЛИЯ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344.6-15:546.681.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

Метод определения галлия

Zinc concentrates. Method for the determination of gallium

ГОСТ 14048.16—80*

Взамен ГОСТ 14048.16—72

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.01.80 № 487 дата введения установлена

01.07.81

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

Настоящий стандарт распространяется на цинковые концентраты всех марок и устанавливает фотометрический метод определения галлия от 0,0001 до 0,1 %.

Метод основан на образовании окрашенного в краснофиолетовый (малиновый) цвет соединения трехвалентного галлия с родамином С в 6 моль/дм³ (6 М) растворе соляной кислоты, последующей экстракции его смесью бензола и эфира и измерении оптической плотности раствора.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 994—67.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329—87.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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—78.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 25363—82 с дополнениями:

- при проведении анализа используются реактивы, оказывающие вредное воздействие на организм человека: кислоты, этиловый эфир, бензол, пероксид водорода, кадмий, галлий и его соединения. 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, органических растворителей, сероводорода, аэрозолей реактивов), выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать значений предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005—88; контроль следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Минздравом СССР, или по ГОСТ 12.1.016—79.

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

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:3 и раствор 6 моль/дм³ (6 М).

Эфир этиловый (эфир серный).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1991 г. (ИУС 6—91)*

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1999

Эфир, насыщенный 6 М раствором соляной кислоты, и 6 М раствор соляной кислоты, насыщенный эфиром; готовят следующим образом: один объем эфира и два объема 6 М раствора соляной кислоты смешивают в делительной воронке. После расслаивания жидкостей солянокислый раствор сливают в одну склянку, а эфирный — в другую.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

Смесь бензола и эфира; готовят следующим образом: три объема бензола и один объем эфира перемешивают и хранят в склянке с притертой пробкой.

Кадмий марки Кд0 по ГОСТ 1467—93, стружка.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор 100 г/дм^3.

Родамин С; 0,5 %-ный раствор в 6 М растворе соляной кислоты. Раствор фильтруют.

Титан треххлористый.

Галлий по ГОСТ 12797—77.

Стандартные растворы галлия:

раствор А; готовят следующим образом: 0,1000 г галлия помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 6 М раствора соляной кислоты, 3—5 капель пероксида водорода и нагревают на водяной бане. Раствор выпаривают до 3—5 см^3, приливают 25—30 см^3 6 М раствора соляной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют до метки соляной кислотой той же концентрации и перемешивают. 1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг галлия;

раствор Б; готовят в день употребления следующим образом: отбирают пипеткой 2 см^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки 6 М раствором соляной кислоты и перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 2 мкг галлия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 0,1000—1,0000 г (в зависимости от содержания галлия) помещают в стакан вместимостью 100 см^3, прибавляют 15 см^3 соляной кислоты и нагревают на водяной бане. Через 15—20 мин приливают 5 см^3 азотной кислоты и раствор выпаривают досуха. Затем прибавляют 3—5 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Выпаривание с соляной кислотой повторяют еще раз. К остатку в стакане приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:3, прибавляют 1—2 г стружки кадмия и оставляют на 20—30 мин для восстановления железа и выделения тяжелых металлов, при этом раствор становится бесцветным. Полноту выделения меди и других металлов контролируют добавлением новой порции стружки кадмия, которая не должна покрываться темным налетом.

Раствор фильтруют через тампон ваты в делительную воронку, предварительно промытую 6 М раствором соляной кислоты. Стакан и фильтр (тампон ваты) последовательно промывают 6 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:3. К раствору в делительной воронке приливают 9 см^3 соляной кислоты, 1 см^3 раствора треххлористого титана и 25 см^3 эфира, насыщенного 6 М раствором соляной кислоты. Содержимое воронки встряхивают в течение 1 мин. Водный слой сливают в другую делительную воронку (промытую 6 М раствором соляной кислоты) и повторяют экстрагирование с 20 см^3 эфира, насыщенного 6 М раствором соляной кислоты. Снова сливают водный слой и отбрасывают. Эфирную вытяжку объединяют с первой (делительную воронку обмывают 1—2 см^3 эфира, насыщенного 6 М раствором соляной кислоты) и после отстаивания сливают водный слой.

Затем эфирную вытяжку промывают в течение 15—20 с 5 см^3 6 М раствора соляной кислоты, насыщенного эфиром, и снова после отстаивания сливают водный слой и отбрасывают. Далее эфирный слой переливают в стакан вместимостью 50 см^3, содержащий 0,5 см^3 раствора хлористого натрия, покрывают часовым стеклом и выпаривают содержимое на водяной бане до удаления эфира. Снимают часовое стекло, обмывают его возможно малым количеством воды и продолжают выпаривать раствор досуха. При содержании галлия в навеске концентрата до 10 мкг сухой остаток растворяют в 3 см^3 6 М раствора соляной кислоты и раствор переливают в делительную воронку вместимостью 50 см^3, обмывая стакан 2 см^3 той же кислоты.

При больших содержаниях галлия сухой остаток растворяют в 10 см^3 6 М раствора соляной кислоты, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доливают до метки соляной кислотой той же концентрации и перемешивают. Затем в делительную воронку отбирают аликвотную часть раствора (не более 5 см^3), содержащую 3—9 мкг галлия, и доливают до 5 см 6 М раствором соляной кислоты.

Далее к раствору в делительной воронке приливают 1 см³ раствора треххлористого титана, 1 см³ соляной кислоты, через 3 мин 0,5 см³ раствора родамина С и перемешивают. К раствору приливают пипеткой или из бюретки 10 см³ смеси бензола и эфира, встряхивают в течение 2 мин и дают отстояться. Водный слой сливают и отбрасывают. Органический слой сливают в сухую пробирку с притертой или корковой пробкой и через 15—20 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, в области длин волн 560—570 нм, в кюветах с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора.

Раствором сравнения служит смесь бензола и эфира.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

Массовую долю галлия устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести делительных воронок вместимостью по 50 см³ отмеривают микробюреткой 1; 2; 3; 4 и 5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 2; 4; 6; 8 и 10 мкг галлия и приливают во все воронки 6 М раствора соляной кислоты до объема 5 см³.

Добавляют по 0,5 см ³ раствора треххлористого титана и 0,5 см ³ раствора соляной кислоты. Через 3 мин приливают 0,5 см³ родамина С и перемешивают. Затем приливают пипеткой или из микробюретки 10 см³ смеси бензола и эфира и далее поступают, как указано в п. 3.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им массовым долям галлия строят градуировочный график.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю галлия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

где m_1 — масса галлия, найденная по градуировочному графику, г;

V — вместимость мерной колбы, см ³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см ³;

m — масса навески концентрата, 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 таблице.

Массовая доля галлия, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,00010 до 0,00020 включ.	0,00007	0,00010
Св. 0,00020 » 0,00050 »	0,00010	0,00015
» 0,00050 » 0,0010 »	0,0002	0,0003
» 0,0010 » 0,0020 »	0,0004	0,0006
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0005	0,0007
» 0,0050 » 0,010 »	0,0010	0,0015
» 0,010 » 0,020 »	0,0015	0,0020
» 0,020 » 0,050 »	0,003	0,004
» 0,050 » 0,100 »	0,010	0,015

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

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 26.03.99. Подписано в печать 12.04.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,40. Тираж 119 экз. С2563. Зак. 341.

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