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/дм$^3$ (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/дм$^3$;
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 дм$^3$ помещают 100 г хлористого натрия, 50 г бромистого калия, 5 г гидразина дигидрохлорида, 100 см$^3$ соляной кислоты, доливают водой до объема 1 дм$^3$ и перемешивают до растворения солей;
стандартные растворы индия:
раствор А; готовят следующим образом: 1 г индия растворяют при нагревании в 20 см$^3$ разбавленной 1:2 азотной кислоты и раствор выпаривают досуха. Затем приливают 10 см$^3$ соляной кислоты и снова выпаривают почти досуха. Операцию выпаривания с соляной кислотой повторяют. Далее приливают 200 см$^3$ фонового электролита, нагревают до растворения соли, раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм$^3$, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают. 1 см$^3$ раствора А содержит 1 мг индия;
раствор Б; готовят следующим образом: отмеривают бюреткой 50 см$^3$ стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают. 1 см$^3$ раствора Б содержит 0,1 мг индия;
растворы с известным содержанием индия; готовят следующим образом: в 8 мерных колб вместимостью по 200 см$^3$ отмеривают бюреткой 1, 2, 4 и 6 см$^3$ стандартного раствора Б и затем 1, 2, 3 и 4 см$^3$ стандартного раствора А, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают. Растворы соответственно содержат 0,5; 1; 2; 3; 5; 10; 15 и 20 мг/дм$^3$ 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 см$^3$, смачивают водой, прибавляют 0,3—0,5 г фтористого аммония, перемешивают, приливают 10 см$^3$ соляной кислоты, нагревают 7—8 мин, приливают 3—5 см$^3$ азотной кислоты и раствор выпаривают до влажных солей. К остатку приливают 10 см$^3$ бромистоводородной кислоты и снова выпаривают до влажных солей. К остатку приливают 20 см$^3$ 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 см$^3$. Фильтр промывают 4 раза порциями по 3—4 см$^3$ 4,5 М бромистоводородной кислоты, присоединяя промывные воды к фильтрату. К фильтрату в делительной воронке приливают 20 см$^3$ 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 см$^3$ 4,5 М бромистоводородной кислоты, встряхивая воронку каждый раз по 15 с.

К промытому экстракту приливают 10 см$^3$ 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 см$^3$ приливают 2 см$^3$ разбавленной 1:1 серной кислоты, 1 см$^3$ 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 см$^3$ 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 см$^3$, 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 см$^3$, в который предварительно налито 100—200 см$^3$ 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 см$^3$. 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 см$^3$ горячим раствором бромистого калия. Жидкости дают стечь, затем разворачивают фильтр над другим стаканом и смывают осадок с фильтра 25 см$^3$ 4,5 М бромистоводородной кислоты. Раствор переливают в делительную воронку вместимостью 100—120 см$^3$, споласкивают стакан 5 см$^3$ 4,5 М бромистоводородной кислоты, приливают 30 см$^3$ 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 см$^3$, смачивают водой, перемешивают, приливают 10 см$^3$ 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, см$^3$;

$K$ — 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