ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

ГОСТ 12645.7—77

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.872:546.47.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

Метод определения цинка

ГОСТ 12645.7—77

Indium. Method for determination of zinc

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.78

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения цинка в индии при массовой доле цинка от $1 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ %.

Метод основан на отделении индия экстракцией диэтиловым эфиром из раствора бромистоводородной кислоты *с* (HBr) = 5 моль/дм^3. Полярографирование цинка проводят на фоне аммиака и хлористого аммония.

Потенциал полуволны цинка равен минус 1,36 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф осциллографический или переменного тока, позволяющий определять 0,1 мг/дм^3 и выше цинка, оснащенный электролизером вместимостью 3—5 см^3.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062, очищенная двукратной перегонкой в кварцевом приборе, растворы *с* (HBr) = 6,5 — 7 моль/дм^3 и *с* (HBr) = 5 моль/дм^3.

Концентрацию перегнанной бромистоводородной кислоты устанавливают титрованием раствором едкого калия или натра.

Посуда кварцевая по ГОСТ 19908.

Кислота соляная по ГОСТ 14261 или полученная насыщением бидистиллята хлористым водородом, разбавленная 1:3 и 1:20.

Кислота хлорная.

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

Эфир диэтиловый (медицинский).

Аммиак водный по ГОСТ 24147.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Фоновый электролит, состоящий из 20 см^3 аммиака, 20 г хлористого аммония и 180 см^3 воды.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) кристаллический по ГОСТ 195.

Цинк металлический гранулированный.

Стандартные растворы цинка.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

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

Раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г металлического цинка растворяют в кварцевом стакане в 5—10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:3, раствор выпаривают до получения влажных солей. Приливают 30 $см^3$ соляной кислоты, нагревают, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг цинка.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 $см^3$ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 5 $см^3$ соляной кислоты, охлаждают и доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,01 мг цинка.

Раствор В; готовят следующим образом: 10 $см^3$ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 5 $см^3$ соляной кислоты, охлаждают и доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора В содержит 0,001 мг цинка.

Градуировочные растворы. К трем навескам индия по 2,000—5,000 г, в зависимости от содержания цинка в пробе, добавляют такие (точно отмеренные) объемы градуировочного раствора Б или В, которые дают концентрацию цинка в градуировочных растворах, соответственную концентрации цинка в испытуемых растворах.

Навески индия растворяют в 10—20 $см^3$ раствора бромистоводородной кислоты c (HBr) = = 6,5—7 $моль/дм^3$ и далее анализ ведут, как указано ниже.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску индия массой 2,000—5,000 г (в зависимости от содержания цинка) помещают в кварцевую колбу вместимостью 50—100 $см^3$, приливают 10—20 $см^3$ раствора бромистоводородной кислоты c (HBr)=6,5—7 $моль/дм^3$, накрывают колбу часовым стеклом и растворяют на слабо нагретой электроплитке до полного растворения металла.

После растворения навески часовое стекло обмывают небольшим количеством воды и выпаривают раствор досуха. Остаток растворяют в 5—10 $см^3$ раствора бромистоводородной кислоты c (HBr)=5 $моль/дм^3$ и охлаждают. Раствор количественно сливают в кварцевую делительную воронку, обмывают стенки колбы дважды порциями по 1 $см^3$ раствора бромистоводородной кислоты c (HBr)=5 $моль/дм^3$, добавляют такое же количество диэтилового эфира и встряхивают в течение 1—1,5 мин. После отстаивания водную фазу сливают в другую делительную воронку и дважды повторяют экстракцию индия таким же количеством эфира.

Водный слой переносят в чистую кварцевую колбу и удаляют остатки эфира на водяной бане, после чего выпаривают досуха.

К сухому остатку добавляют несколько капель хлорной кислоты и осторожно выпаривают досуха. Остаток должен быть белым, иначе обработку хлорной кислотой повторяют.

Остаток смачивают 2—3 каплями соляной кислоты, разбавленной 1:20, и, в зависимости от содержания цинка в пробе, приливают точно отмеренные 5—25 $см^3$ фонового электролита, добавляют около 0,1 г сульфита натрия, наливают в электролизер и полярографируют раствор при напряжении поляризации от минус 1,1 до минус 1,5 В. Потенциал пика цинка минус 1,36 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

Одновременно через все стадии анализа проводят 2—3 контрольных опыта для внесения в результат анализа соответствующей поправки.

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю цинка (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{H \cdot V}{K \cdot m \cdot 10000},$$

где H — высота пика волны цинка, полученная при полярографировании испытуемого раствора пробы за вычетом контрольного опыта, мм;

V — объем испытуемого раствора, $см^3$;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части, г;

K — отношение высоты волны, полученной при полярографировании градуировочного раствора, к массовой концентрации этого раствора, $мм \cdot дм^3/мг$, вычисляемая по формуле

$$K = \frac{H_1 - H}{C},$$

где H_1 — высота волны цинка в градуировочном растворе за вычетом высоты волны цинка раствора контрольного опыта, мм;

C — массовая концентрация цинка в градуировочном растворе, мг/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов 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 $d_п$ трех результатов параллельных определений, рассчитанных по формулам:

$d_п = 0{,}5\ \bar{x}_п$ для массовых долей цинка от $1 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-4}$ %;

$d_п = 0{,}3\ \bar{x}_п$ для массовых долей цинка от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ %,

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

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

$d_а = 0{,}6\ \bar{x}_а$ для массовых долей цинка от $1 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-4}$ %;

$d_а = 0{,}4\ \bar{x}_а$ для массовых долей цинка от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ %,

где $\bar{x}_а$ — 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, М.Г. Саюн (руководители темы); **В.Н. Макарцева; 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, раздела
ГОСТ 195—77	Разд. 2
ГОСТ 2062—77	Разд. 2
ГОСТ 3760—79	Разд. 2
ГОСТ 3773—72	Разд. 2
ГОСТ 6709—72	Разд. 2
ГОСТ 12645.0—83	1.1
ГОСТ 14261—77	Разд. 2
ГОСТ 19908—90	Разд. 2
ГОСТ 22306—77	1.1

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.Копысов*
Технический редактор *В.Н.Прусакова*
Корректор *Р.А.Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н.Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 25.02.98. Подписано в печать 07.04.98. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,45.
Тираж 116 экз. С 376. Зак. 265

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