

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИНДИЯ

Издание официальное

Б3 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
М о с к в а

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**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/дм³ бромистово-дородной кислоты.

При отсутствии в пробе олова в виде кассiterита разложение навески пробы проводят кислотами, а при наличии кассiterита — 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 реагентов, 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 реагенты, 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 реагентов, 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 °C;

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 кассiterита

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 поляграфирование индия при потенциале пика минус 0,6 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

Одновременно проводят поляграфирование растворов с известным содержанием индия.

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

3.2. Для цинковых концентратов, содержащих олово в виде кассiterита

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 сполоскивают водой, извлекают тигель из стакана и также сполоскивают 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, сполоскивают стакан 5 см³ 4,5 М бромистоводородной кислоты, приливают 30 см³ бутилацетата и экстрагируют, а затем поляграфируют 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 кассiterита

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 поляграфии растворов с известным содержанием индия, к концентрациям этих же растворов, $\frac{\text{мм}}{\text{мг/дм}^3}$;

m — масса навески, г.

С. 4 ГОСТ 14048.17—77

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.

Т а б л и ц а 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.
Уч.-изд. л. 0,53. Тираж 120 экз. С2697. Зак. 364. Усл. печ. л. 0,93.

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