



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т
С О Ю З А С С Р

ИНДИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

ГОСТ 12645.7—77

Издание официальное

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 $c(\text{HBr}) = 5$ моль/дм³. 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/дм³ и выше цинка, оснащенный электролизером вместимостью 3—5 см³.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062, очищенная двукратной перегонкой в кварцевом приборе, растворы $c(\text{HBr}) = 6,5 — 7$ моль/дм³ и $c(\text{HBr}) = 5$ моль/дм³.

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 см³ аммиака, 20 г хлористого аммония и 180 см³ воды.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) кристаллический по ГОСТ 195.

Цинк металлический гранулированный.

Стандартные растворы цинка.

С. 2 ГОСТ 12645.7-77

Раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г металлического цинка растворяют в кварцевом стакане в 5—10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, раствор выпаривают до получения влажных солей. Приливают 30 см³ соляной кислоты, нагревают, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг цинка.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты, охлаждают и доводят до метки водой.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг цинка.

Раствор В; готовят следующим образом: 10 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты, охлаждают и доводят до метки водой.

1 см³ 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 см³ раствора бромистоводородной кислоты с (НВг) = 6,5—7 моль/дм³ 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 см³, приливают 10—20 см³ раствора бромистоводородной кислоты с (НВг)=6,5—7 моль/дм³, 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 см³ раствора бромистоводородной кислоты с (НВг)=5 моль/дм³ и охлаждают. Раствор количественно сливают в кварцевую делительную воронку, обмывают стенки колбы дважды порциями по 1 см³ раствора бромистоводородной кислоты с (НВг)=5 моль/дм³, 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 см³ 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, см³;

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

K — отношение высоты волны, полученной при полярографировании градуировочного раствора, к массовой концентрации этого раствора, мм·дм³/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/дм³.

(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_n трех результатов параллельных определений, рассчитанных по формулам:

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

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

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

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

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

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

где \bar{x}_a — 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.печл. 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