

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

ГОСТ 12645.7—77

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

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/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 с (HBr) = 6,5 — 7 моль/дм³ и с (HBr) = 5 моль/дм³.

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

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.

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, соответствующую 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 сульфата 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 аликвотной части, г;

K — отношение высоты волны, полученной при полярографировании градуировочного раствора, к массовой концентрации этого раствора, мм·дм³/мг, вычисляемая по формуле