

КАДМИЙ

Методы определения цинка

Cadmium.
Methods of zinc determinationГОСТ
12072.3—79

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.12.80

Настоящий стандарт устанавливает полярографический и атомно-абсорбционный методы определения цинка (при массовой доле цинка от 0,0005 % до 0,3 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 915—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 12072.0. (Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на экстрагировании цинка эфиром в виде роданистого комплекса и полярографировании цинка на аммонийно-аммиачном фоне при потенциале полувольты минус 1,45 В, на фоне раствора ортофосфорной кислоты при потенциале полувольты минус 1,3 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Полярограф осциллографический или полярограф переменного тока со всеми принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:9.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, раствор 0,03 моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:9 и раствор 0,5 моль/дм³.

Водорода перекись (пероксид) по ГОСТ 10929.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор 600 г/дм³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий сернистокислый по ТУ 6—09—5313.

Аммиачный фоновый электролит: в склянку вместимостью 1 дм³ помещают 50 г хлористого аммония, 20 г сернистокислого натрия, приливают 500 см³ воды, перемешивают, приливают 50 см³ аммиака, 10 см³ раствора желатина, доливают до объема 1 дм³ водой и перемешивают.

Срок годности фонового электролита — 7 дней.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 5 г/дм³, свежеприготовленный.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336, насыщенный раствор.

Промывной раствор: к 100 см³ раствора серной кислоты 0,5 моль/дм³ прибавляют 25 см³ раствора роданистого аммония и перемешивают.

Эфир этиловый (медицинский) или эфир изопропиловый по ТУ 6—09—3704.

Азот газообразный по ГОСТ 9293. Азот очищают от кислорода следующим образом: струю азота пропускают через три склянки, содержащие на дне амальгаму цинка и наполненные насыщенным

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

раствором ванадиевокислого аммония в растворе серной кислоты, разбавленной 1:9, и предварительно восстановленного амальгамой цинка (фиолетовая окраска).

Цинка амальгама: 200 г цинка обрабатывают в толстостенном сосуде в смеси, содержащей 10 см³ ртути и 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:9.

Цинк по ГОСТ 3640.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Стандартные растворы цинка.

Раствор А: навеску цинка массой 0,250 г растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см³ в 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,5 мг цинка.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 500 см³ отмеривают пипеткой 20 см³ раствора А, приливают 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,02 мг цинка.

Градуировочные растворы цинка (способ добавки стандартного раствора): к двум навескам кадмия отмеривают микропипеткой стандартный раствор цинка Б согласно табл. 1, приливают по 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения анализируемой пробы и выпаривают досуха. Далее поступают, как указано в п. 2.3.

Таблица 1

Марка кадмия	Масса навески, г	Стандартный раствор	Количество добавленного стандартного раствора		Объем мерной колбы, см ³	Массовая концентрация цинка, мг/дм ³
			см ³	мг		
Кд0А	1,000	Б	0,25	0,005	25	0,2
Кд0А	1,000	Б	0,5	0,01	25	0,4
Кд0	1,000	Б	1,0	0,02	25	0,8
Кд0	1,000	Б	2,0	0,04	25	1,6
Кд1	1,000	Б	2,5	0,05	25	2,0
Кд1	1,000	Б	3,5	0,07	25	2,8
Кд0С	1,000	Б	4,0	0,08	25	3,2
Кд1С	1,000	Б	5,0	0,1	25	4,0
Кд2С	0,200	А	0,4	0,2	50	4,0
Кд2С	0,200	А	0,8	0,4	50	8,0
Кд2С	0,200	А	1,2	0,6	50	12,0

2.3. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают навеску кадмия массой 1,000 г, приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают досуха. Приливают 5 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха.

К остатку приливают 20 см³ раствора серной кислоты 0,5 моль/дм³ раствор, нагревают до растворения солей, охлаждают, переливают в делительную воронку вместимостью 150 см³, приливают 5 см³ раствора роданистого аммония, доливают до объема 50 см³ водой, предварительно ополоснув колбу, в которой находилась проба, добавляют 50 см³ изопропилового или этилового эфира и встряхивают в течение 2 мин. Нижнюю водную фазу отбрасывают, а эфирный экстракт промывают 25 см³ промывного раствора в течение 10 с. Промывание экстракта повторяют. Эфирный экстракт переводят в коническую колбу вместимостью 100—250 см³ и отгоняют эфир на водяной бане.

К остатку прибавляют 2 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют 5—6 капель азотной кислоты и раствор выпаривают досуха, периодически добавляя по 2 капли пероксида водорода.

При определении цинка на осциллографическом полярографе остаток обрабатывают 2—3 каплями аммиака, приливают 10 см³ фонового электролита, перемешивают и согласно табл. 1 количественно переводят в соответствующую мерную колбу, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают. Часть раствора заливают в полярографическую ячейку и проводят полярографирование цинка при оптимальном диапазоне тока и потенциале полувольты минус 1,45 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. В аналогичных условиях проводят полярографирование градуировочных растворов цинка и растворов контрольных опытов.

При определении цинка переменноточковым полярографическим методом к охлажденному остатку приливают 10 см³ раствора фосфорной кислоты, нагревают раствор до растворения солей, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 25 или 50 см³, доливают раствором фосфорной

кислоты до метки и перемешивают. Часть раствора заливают в полярографическую ячейку, продувают в течение 5 мин азотом (азот предварительно пропускают через склянки с ванадатов аммония) и проводят полярографирование при соответствующем диапазоне тока и потенциале пика минус 1,25—1,30 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. В аналогичных условиях проводят полярографирование градуировочных растворов цинка и растворов контрольных опытов.

При расчете содержания цинка из значения высоты волны анализируемой пробы вычитают высоту волны контрольного опыта, а из значения высоты волны анализируемой пробы с добавкой — высоту волны анализируемой пробы и контрольного опыта.

2.1—2.3. (Измененная редакция, Изм. № 3).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения аналитической линии цинка при длине волны 213,8 нм с введением растворов анализируемых проб и градуировочных растворов в воздушно-ацетиленовое пламя. Навеску кадмия предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любой марки с источником излучения для цинка.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$ — $6 \cdot 10^5$ Па (2—6 атм).

Ацетилен в баллоне.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1 и раствор 2 моль/дм³.

Стандартные растворы цинка.

Цинк по ГОСТ 3640 не ниже марки Ц2.

Раствор А: навеску цинка массой 0,100 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до удаления оксидов азота, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг цинка.

Раствор Б: 25 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,01 мг цинка.

Кадмий по ГОСТ 1467 или ГОСТ 22860, содержащий цинка не более $1 \cdot 10^{-4}$ %, раствор 100 мг/дм³; 100 г кадмия в виде кусочков или стружки растворяют в 200—250 см³ азотной кислоты. Кислоту приливают медленно небольшими порциями (примерно по 10 см³). Если при добавлении очередной порции кислоты реакция идет замедленно, сливают образовавшийся раствор азотнокислого кадмия в другую колбу и продолжают разложение. Затем объединяют весь раствор, кипятят до удаления оксидов азота, разбавляют водой, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

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

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску кадмия массой 1,000—5,000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 15—25 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до полного растворения металла и удаления оксидов азота. Приливают 25 см³ воды, перемешивают, охлаждают, раствор количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и перемешивают. Раствор анализируемой пробы и градуировочные растворы вводят в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют поглощение аналитической линии цинка 213,8 нм по ГОСТ 12072.0.

При необходимости в растворе анализируемой пробы могут быть определены также содержания таллия, свинца, железа, меди и никеля.

3.3.2. Для построения градуировочного графика готовят две серии градуировочных растворов.

I серия: в двенадцать из тринадцати мерных колб вместимостью 100 см³ отмеривают 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 см³ раствора Б и 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 и 30,0 см³ раствора А (что соответствует 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 мг/дм³ цинка), в каждую из колб приливают 10 см³ раствора азотной кислоты 2 моль/дм³, доливают до метки водой и перемешивают. Основой этих градуировочных растворов служит вода.

II серия: в четыре из пяти мерных колб вместимостью 100 см³ отмеривают 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 см³ раствора Б (что соответствует 0,2; 0,5; 1,0 и 2,0 мг/дм³ цинка); в каждую из колб приливают 10 см³ раствора азотной кислоты 2 моль/дм³, 50 см³ раствора кадмия 100 г/дм³, доливают до метки водой и перемешивают. Основой этих градуировочных растворов служит раствор кадмия. По

градуировочным растворам I серии измеряют растворы проб из навески массой 1,0—2,5 г, II серия градуировочных растворов служит для анализа растворов проб из навески массой 5 г.

При определении из одного раствора железа, свинца, таллия, меди и никеля в каждую из указанных выше колб одной из серий градуировочных растворов добавляют такие количества стандартных растворов элементов, которые бы соответствовали концентрациям их в градуировочных растворах.

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю цинка (X), %, при полярографическом определении вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot V \cdot C}{h \cdot m \cdot 10000},$$

где H — высота волны цинка анализируемого раствора пробы, мм;

V — объем мерной колбы, см³;

h — высота волны цинка градуировочного раствора, мм;

C — массовая концентрация цинка в градуировочном растворе, мг/дм³;

m — масса навески, г.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.2. Массовую долю цинка (X), %, при атомно-абсорбционном определении вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m \cdot 10000},$$

где C_1 — массовая концентрация цинка в анализируемом растворе, мг/дм³;

C_2 — массовая концентрация цинка в растворе контрольного опыта, мг/дм³;

m — масса навески, г;

V — объем мерной колбы, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля цинка, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0003	0,0004
Св. 0,0010 * 0,0040 *	0,0005	0,0006
* 0,0040 * 0,0100 *	0,0015	0,0020
* 0,010 * 0,040 *	0,003	0,004
* 0,040 * 0,100 *	0,010	0,013
* 0,10 * 0,30 *	0,02	0,03

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.08.79 № 3230
3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 915—78
4. ВЗАМЕН ГОСТ 12072.3—71
5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1467—93	3.2	ГОСТ 9336—75	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 3640—94	2.2, 3.2	ГОСТ 11125—84	3.2
ГОСТ 3760—79	2.2	ГОСТ 11293—89	2.2
ГОСТ 3773—72	2.2	ГОСТ 12072.0—79	1.1, 3.3.1
ГОСТ 4204—77	2.2	ГОСТ 22860—93	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2	ГОСТ 27067—86	2.2
ГОСТ 4658—73	2.2	ТУ 6—09—3704—74	2.2
ГОСТ 6552—80	2.2	ТУ 6—09—5313—87	2.2
ГОСТ 9293—74	2.2		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)
7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1981 г., августе 1984 г., июле 1990 г. (ИУС 5—81, 12—84, 11—90)