

КАДМИЙ**Методы определения железа****ГОСТ****12072.2-79**

Cadmium.

Methods of iron determination

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.12.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения железа (при массовой доле железа от 0,0002 % до 0,1 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 917-78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**2.1. Сущность метода**

Метод основан на образовании желтого сульфосалицилового комплекса железа в аммиачной среде и фотометрировании его в области длин волн 413—420 нм.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, дополнительно очищенная перегонкой в кварцевом приборе или методом насыщения деионизированной воды. Из очищенной кислоты готовят растворы соляной кислоты 6 и 2 моль/дм³.

Все растворы соляной кислоты хранят в полистиленовой или кварцевой посуде.

Кислота соляная по ГОСТ 14261.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор 200 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Водорода перекись (пероксид) по ГОСТ 10929.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849 или оксид железа (III) по ТУ 6-09-5346.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: навеску массой 0,500 г железного порошка или 0,7149 г оксида железа (III) растворяют в 20 см³ соляной кислоты с добавлением 7—8 капель раствора пероксида водорода в конической колбе вместимостью 250 см³. Избыток пероксида водорода разрушают осторожным кипячением, раствор охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг железа.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отмеривают пипеткой 10 см³ раствора А, приливают 10 см³, раствора соляной кислоты 2 моль/дм³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг железа.

Раствор В: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отмеривают 10 см³ раствора Б, приливают 10 см³ раствора соляной кислоты 2 моль/дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,01 мг железа.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску кадмия массой 2,500 г (массовая доля железа от 0,0002 % до 0,01 %) или 1,000 г (массовая доля железа св. 0,01 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ раствора соляной кислоты 6 моль/дм³, 1 см³ азотной кислоты и нагревают до полного растворения навески и удаления оксидов азота.

При массовой доле железа св. 0,003 % раствор анализируемой пробы охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой, перемешивают и в соответствии с табл. 1 отбирают аликвотную часть раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³. При массовой доле железа от 0,0002 % до 0,003 % раствор анализируемой пробы охлаждают, переводят его в мерную колбу вместимостью 50 см³ малым количеством воды.

Таблица 1

| Массовая доля железа, % | Масса навески кадмия, г | Объем мерной колбы для разбавления раствора навески, см ³ | Аликвотная часть раствора для определения железа, см ³ |
|-------------------------|-------------------------|--|---|
| От 0,0002 до 0,003 | 2,500 | — | Весь раствор |
| Св. 0,003 » 0,01 | 2,500 | 100 | 20 |
| » 0,01 » 0,05 | 1,000 | 100 | 10 |
| » 0,05 » 0,1 | 1,000 | 100 | 5 |

В мерные колбы с взятой аликвотной частью или ко всему раствору анализируемой пробы приливают 10 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, аммиак до желтой окраски раствора, дают избыток последнего 5 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм в области длины волн 413—420 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Содержание железа устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3.2. Для построения градуировочного графика в девять из десяти мерных колб вместимостью 50 см³ отмеривают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 см³ раствора В (что соответствует 5; 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70 и 80 мкг железа). Приливают в каждую колбу по 10 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и затем поступают, как указано в п. 2.3.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям железа строят градуировочный график.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения аналитической линии железа при длине волны 248,3 нм с введением растворов анализируемых проб и градуировочных растворов в воздушно-ацетиленовую пламя. Навеску кадмия предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

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

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.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849 или оксид железа (III) по ТУ 6—09—5346.

Стандартные растворы железа.

С. 3 ГОСТ 12072.2—79

Раствор А: навеску массой 0,100 г железного порошка или 0,143 г оксида железа (III) помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до полного растворения, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг железа.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг железа.

Кадмий по ГОСТ 1467 или ГОСТ 22860, содержащий железа не более 4·10⁻⁴ %, раствор 100 г/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, 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 20—25 см³ воды, перемешивают, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор пробы и градуировочные растворы вводят в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют поглощение аналитической линии железа 248,3 нм по ГОСТ 12072.0.

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

3.3.2. Для построения градуировочных графиков готовят две серии градуировочных растворов.

I серия: в девять из десяти мерных колб вместимостью 100 см³ отмеривают 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б и 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора А (что соответствует 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 мг/дм³ железа), в каждую из колб приливают 10 см³ раствора азотной кислоты 2 моль/дм³, доливают до метки водой и перемешивают. Основой этих градуировочных растворов служит раствор кадмия. По градуировочным растворам I серии измеряют растворы анализируемых проб из навески массой 1,0—2,5; II серия градуировочных растворов служит для анализа растворов анализируемых проб из навески массой 5 г.

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

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

За. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД (при массовой доле железа от 0,0002 % до 0,006 %)

За.1. Сущность метода

Метод основан на соосаждении гидроксида железа с гидроксидом лантана, растворении гидроксидов соляной кислотой и измерении поглощения аналитической линии железа 248,3 нм при введении растворов в воздушно-ацетиленовое пламя.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

За.2. Аппаратура, реактивы и материалы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любой марки.

Воздух, сжатый под давлением (5—6 атм) на 2·10⁵—6·10⁵ Па (2—6 атм).

Ацетилен в баллонах.

Кислота соляная по ГОСТ 14261 и раствор 1:1.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849 или оксид железа (III) по ТУ 6—09—5346.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор 1:19.

Перекись (пероксид) водорода по ГОСТ 10929.

Кислота азотная по ГОСТ 11125 и раствор 1:20.

Лантан азотнокислый La(NO₃)₃·6H₂O, по ТУ 6—09—4676, раствор 1 г/дм³ лантана: 0,3115 г соли растворяют в 20 см³ воды с добавлением нескольких капель азотной кислоты.

Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Стандартные растворы железа готовят по п. 3.1.2.

За.3. Проведение анализа

Навеску массой 5,000 г помещают в термостойкий стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 15 см³ азотной кислоты и разлагают под часовым стеклом при нагревании. Полученный раствор упаривают до сиропообразного состояния (на поверхности появляются пузырьки), снимают с плиты, добавляют 70 см³ воды и 5 см³ раствора лантана, перемешивают, вращая стакан. Затем нагревают до температуры 70 °С и приливают постепенно 20—25 см³ аммиака до полного исчезновения обильного хлопьевидного осадка гидроксида кадмия.

Раствор оставляют стоять в течение 30 мин на бортике плиты. За это время на дне стакана появится небольшой белый, а при достаточном содержании железа красноватый осадок. Осадок отфильтровывают, промывают 2—3 раза горячим раствором аммиака (1:19) и смывают с фильтра водой в стакан, в котором велось осаждение. Фильтр промывают 25—30 см³ горячего раствора соляной кислоты (1:1) с добавлением 3—5 капель пероксида водорода и затем горячей водой. Кипятят полученный раствор для удаления избытка пероксида водорода и получения объема около 1 см³. Доливают 1,5 см³ соляной кислоты и переводят на объем 20 см³ при помощи мерного цилиндра.

Измеряют величину поглощения линии железа 248,3 нм по ГОСТ 12072.0.

Если чувствительность прибора не позволяет измерить железо при переводе навески массой 5,000 г на объем 20 см³, то можно использовать навеску массой 10,00 г при переводе на объем 10 см³. При этом количество азотной кислоты для разложения пробы и количество аммиака удваивается, а количество соляной кислоты, расходуемое при переводе на объем, уменьшается вдвое или заменяется таким же количеством раствора соляной кислоты (1:1).

Для построения градуировочного графика в восемь из девяти мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеривают 5,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б и 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора А, в каждую колбу добавляют по 15 см³ раствора соляной кислоты (1:1), доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученные концентрации железа в градуировочных образцах соответствуют: 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 мг/дм³.

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю железа (X), %, при фотометрическом определении вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

где m — масса навески, соответствующая отобранный аликовтной части раствора, г;

m_1 — количество железа, найденное в растворе анализируемой пробы по градуировочному графику, мкг.

С. 5 ГОСТ 12072.2—79

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

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

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

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

V — объем мерной колбы, см³;

m — масса навески, г.

(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 железа, % | Допускаемое расхождение параллельных определений, % | Допускаемое расхождение результатов анализа, % |
|----------------------------|---|--|
| От 0,0002 до 0,0003 включ. | 0,0001 | 0,0001 |
| Св. 0,0003 » 0,0010 » | 0,0002 | 0,0003 |
| » 0,0010 » 0,0030 » | 0,0003 | 0,0004 |
| » 0,0030 » 0,0100 » | 0,0010 | 0,0013 |
| » 0,010 » 0,040 » | 0,002 | 0,003 |
| » 0,040 » 0,100 » | 0,005 | 0,006 |

(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 917—78

4. ВЗАМЕН ГОСТ 12072.2—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 11125—84 | 3.2, 3а.2 |
| ГОСТ 3118—77 | 2.2 | ГОСТ 12072.0—79 | 1.1, 3.3.1, 3а.3 |
| ГОСТ 3760—79 | 2.2, 3а.2 | ГОСТ 14261—77 | 2.2, 3а.2 |
| ГОСТ 4461—77 | 2.2 | ГОСТ 22860—93 | 3.2 |
| ГОСТ 4478—78 | 2.2 | ТУ 6—09—4676—78 | 3а.2 |
| ГОСТ 9849—86 | 2.2, 3.2, 3а.2 | ТУ 6—09—5346—87 | 2.2, 3.2, 3а.2 |
| ГОСТ 10929—76 | 2.2, 3а.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)