

## КАДМИЙ

## Методы определения таллия

Cadmium. Methods of thallium  
determinationГОСТ  
12072.1—79

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.12.80

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения таллия (при массовой доле таллия от 0,0005 % до 0,1 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле таллия от 0,001 % до 0,1 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 920—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 таллия от мешающих элементов из солянокислой среды и полярографировании таллия на фоне аммонийно-аммиачного раствора при потенциале полуволны минус 0,45 В относительно насыщенного каломельного электрода.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

## 2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Полярограф осциллографический и полярограф переменного тока с принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Водорода перекись (пероксид) по ГОСТ 10929.

Бром по ГОСТ 4109.

Натрий сернистокислый по ТУ 6—09—5313, насыщенный раствор.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 5 г/дм<sup>3</sup>.

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

Аммиачный фоновый электролит: в склянку вместимостью 1 дм<sup>3</sup> помещают 100 см<sup>3</sup> насыщенного раствора сернистокислого натрия, 50 г хлористого аммония, 100 см<sup>3</sup> аммиака, приливают около 500 см<sup>3</sup> воды, перемешивают, прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора желатина в случае полярографирования на осциллографическом полярографе, доливают до объема 1 дм<sup>3</sup> водой и перемешивают.

Срок годности фонового электролита — 7 дней.

Таллий по ГОСТ 18337.

Стандартные растворы таллия.

Раствор А: навеску таллия массой 0,250 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения металла, приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до выделения паров серного ангидрида. Охлаждают, смывают стенки 3—4 см<sup>3</sup> воды и снова выпаривают, как указано выше. К остатку осторожно приливают 50—60 см<sup>3</sup> воды, перемешивают, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг таллия.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> отмеривают пипеткой 25 см<sup>3</sup> раствора А, приливают 3 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,1 мг таллия.

Градуировочные растворы таллия (способ сравнения): в шесть из семи конических колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> отмеривают соответственно 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б и выпаривают до слегка влажного остатка. К остатку приливают по 45—50 см<sup>3</sup> фоновое электролита, перемешивают, количественно переводят в мерные колбы вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают до метки фоном и перемешивают. Первые шесть растворов содержат соответственно 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5 и 10 мг/дм<sup>3</sup> таллия, а седьмой раствор служит для контрольного опыта.

Срок годности растворов — семь дней.

Градуировочные растворы таллия (способ добавки стандартного раствора): к двум навескам кадмия отмеривают микропипеткой стандартный раствор таллия Б согласно табл. 1, приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:3, добавляют 1,5—2 см<sup>3</sup> азотной кислоты, выпаривают до объема 3—4 см<sup>3</sup> и далее поступают, как указано в п. 2.3.

Таблица 1

| Марка кадмия | Масса навески, г | Количество добавленного стандартного раствора, Б |      | Объем мерной колбы, см <sup>3</sup> | Массовая концентрация таллия, мг/дм <sup>3</sup> |
|--------------|------------------|--|------|-------------------------------------|--|
|              |                  | см <sup>3</sup>                                  | мг   |                                     |  |
| Кд0А         | 2,000            | 0,1  | 0,01 | 25                                  | 0,4  |
| Кд0А         | 2,000            | 0,2  | 0,02 | 25                                  | 0,8  |
| Кд0          | 1,000            | 0,3  | 0,03 | 25                                  | 1,2  |
| Кд0          | 1,000            | 0,5  | 0,05 | 25                                  | 2,0  |
| Кд1          | 1,000            | 1,2  | 0,12 | 50                                  | 2,4  |
| Кд1          | 1,000            | 1,8  | 0,18 | 50                                  | 3,6  |

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

#### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску кадмия массой 1,000 г (массовая доля таллия до 0,015 %) или 0,500 г (массовая доля таллия свыше 0,015 %) помещают в коническую колбу вместимостью 100—250 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:3, нагревают до кипения, добавляют по каплям 1,5—2 см<sup>3</sup> азотной кислоты и раствор выпаривают до объема 3—4 см<sup>3</sup>. Приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:3, добавляют 3—4 капли брома, накрывают часовым стеклом, оставляют в теплом месте на 5—6 мин, охлаждают (раствор должен быть желтым или бурым), переводят в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>, ополаскивают колбу 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:3, и присоединяют к раствору в делительной воронке. В делительную воронку приливают 25 см<sup>3</sup> этилового или изопропилового эфира и встряхивают в течение 1,5—2 мин. Жидкостям дают расслоиться, водный слой сливают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, а эфирный экстракт встряхивают 2 раза с 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:3, в течение 30 с. Промывную жидкость присоединяют к водному слою (в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>), в котором можно определить содержание свинца.

Эфирный экстракт помещают в чистую коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, предварительно добавив в нее 1 см<sup>3</sup> воды, отгоняют эфир на водяной бане, к остатку прибавляют 1 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до выделения паров серной кислоты с добавлением 5—6 капель пероксида водорода. Стенки смывают 2—2,5 см<sup>3</sup> воды и продолжают выпаривать до слегка влажного остатка.

К охлажденному остатку приливают 10 см<sup>3</sup> фоновое электролита, перемешивают, переводят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> (массовая доля таллия до 0,005 %), 50 см<sup>3</sup> (массовая доля таллия свыше 0,005 %), доливают до метки фоном и перемешивают.

Часть раствора заливают в электролизер и полярографируют таллий при потенциале пика минус 0,45 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. В аналогичных условиях проводят полярографирование градуировочных растворов таллия и соответствующих растворов контрольных опытов.

При расчете содержания таллия способом сравнения с градуировочными растворами из высоты анализируемой волны пробы вычитают высоту волны контрольного опыта.

При расчете содержания таллия способом добавки стандартного раствора из высоты волны анализируемой пробы с добавкой вычитают высоту волны контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

### 3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения аналитической линии таллия при длине волны 276,8 нм с введением растворов анализируемых проб и градуировочных растворов в воздушно-ацетиленовое пламя. Навески кадмия предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

#### 3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

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

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, 2 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Таллий по ГОСТ 18337.

Стандартный раствор таллия: навеску таллия массой 0,100 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения металла и удаления оксидов азота. Приливают 20—25 см<sup>3</sup> воды, перемешивают, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,1 мг таллия.

Кадмий по ГОСТ 1467 или по ГОСТ 22860, содержащий таллий не более  $2 \cdot 10^{-4}$  %, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>; 100 г кадмия в виде кусочков или стружки растворяют в 200—250 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Кислоту приливают медленно, небольшими порциями (примерно по 10 см<sup>3</sup>). 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 см<sup>3</sup> и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

#### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску кадмия массой 1,000—5,000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 15—25 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения металла и удаления оксидов азота. Приливают 20—25 см<sup>3</sup> воды, перемешивают, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор анализируемой пробы и градуировочные растворы вводят в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют поглощение аналитической линии таллия 276,8 нм по ГОСТ 12072.0.

При необходимости из раствора анализируемой пробы могут быть определены также содержания свинца, железа, цинка, меди и никеля.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

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

I серия: в семь из восьми мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> отмеривают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора (что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 мг/дм<sup>3</sup> таллия), в каждую из колб приливают по 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Основой этих градуировочных растворов служит вода.

II серия: в четыре из пяти мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> отмеривают 0,5; 1,0; 2,0 и 4,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора (что соответствует 0,5; 1,0; 2,0 и 4,0 мг/дм<sup>3</sup> таллия), в каждую из колб приливают 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup>, 50 см<sup>3</sup> раствора кадмия 100 г/дм<sup>3</sup>, 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—2,5 г; II серия градуировочных растворов служит для анализа растворов анализируемых проб из навески массой 5 г.

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

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

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где  $H$  — высота волны таллия анализируемого раствора пробы, мм;

$V$  — объем мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$C$  — массовая концентрация таллия в градуировочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

$h$  — высота волны таллия градуировочного раствора, мм;

$m$  — масса навески, г.

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

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

где  $C$  — массовая концентрация таллия в анализируемом растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

$V$  — объем мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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 таллия, %    | 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 »        | 0,0010  | 0,0013   |
| » 0,010 » 0,020 »          | 0,002   | 0,003  |
| » 0,020 » 0,080 »          | 0,004   | 0,005  |
| » 0,080 » 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 920—78
4. ВЗАМЕН ГОСТ 12072.1—71
5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД,<br>на который дана ссылка | Номер пункта | Обозначение НТД,<br>на который дана ссылка | Номер пункта |
|--|--------------|--|--------------|
| ГОСТ 1467—93                               | 3.2          | ГОСТ 11125—84                              | 3.2          |
| ГОСТ 3118—77                               | 2.2          | ГОСТ 11293—89                              | 2.2          |
| ГОСТ 3760—79                               | 2.2          | ГОСТ 12072.0—79                            | 1.1, 3.3.1   |
| ГОСТ 4109—79                               | 2.2          | ГОСТ 18337—95                              | 2.2, 3.2     |
| ГОСТ 4204—77                               | 2.2          | ГОСТ 22860—93                              | 3.2          |
| ГОСТ 4461—77                               | 2.2          | ТУ 6—09—3704—74                            | 2.2          |
| ГОСТ 10929—76                              | 2.2          | ТУ 6—09—5313—87                            | 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)