МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# КАДМИЙ

## Методы определения цинка

ГОСТ 12072.3—79

Cadmium.
Methods of zinc determination

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 полуволны минус 1,45 В, на фоне раствора ортофосфорной кислоты при потенциале полуволны 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/дм$^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:9 и раствор 0,5 моль/дм$^3$.

Водорода перекись (пероксид) по ГОСТ 10929.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор 600 г/дм$^3$.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий сернистокислый по ТУ 6—09—5313.

Аммиачный фоновый электролит: в склянку вместимостью 1 дм$^3$ помещают 50 г хлористого аммония, 20 г сернистокислого натрия, приливают 500 см$^3$ воды, перемешивают, приливают 50 см$^3$ аммиака, 10 см$^3$ раствора желатина, доливают до объема 1 дм$^3$ водой и перемешивают.

Срок годности фонового электролита — 7 дней.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 5 г/дм$^3$, свежеприготовленный.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336, насыщенный раствор.

Промывной раствор: к 100 см$^3$ раствора серной кислоты 0,5 моль/дм$^3$ прибавляют 25 см$^3$ 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

★



gost.e-ecolog.ru

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 см$^3$ ртути и 50 см$^3$ 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 см$^3$ в 50 см$^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см$^3$ раствора А содержит 0,5 мг цинка.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$ отмеривают пипеткой 20 см$^3$ раствора А, приливают 50 см$^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см$^3$ 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 см$^3$ 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 см$^3$ помещают навеску кадмия массой 1,000 г, приливают 10 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают досуха. Приливают 5 см$^3$ соляной кислоты и выпаривают досуха.

К остатку приливают 20 см$^3$ раствора серной кислоты 0,5 моль/дм$^3$ раствор, нагревают до растворения солей, охлаждают, переливают в делительную воронку вместимостью 150 см$^3$, приливают 5 см$^3$ раствора роданистого аммония, доливают до объема 50 см$^3$ водой, предварительно ополоснув колбу, в которой находилась проба, добавляют 50 см$^3$ изопропилового или этилового эфира и встряхивают в течение 2 мин. Нижнюю водную фазу отбрасывают, а эфирный экстракт промывают 25 см$^3$ промывного раствора в течение 10 с. Промывание экстракта повторяют. Эфирный экстракт переводят в коническую колбу вместимостью 100—250 см$^3$ и отгоняют эфир на водяной бане.

К остатку прибавляют 2 см$^3$ 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 см$^3$ 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 полуволны 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 переменнотоковым полярографическим методом к охлажденному остатку приливают 10 см$^3$ раствора фосфорной кислоты, нагревают раствор до растворения солей, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 25 или 50 см$^3$, 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 ванадатом 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/дм$^3$.

Стандартные растворы цинка.

Цинк по ГОСТ 3640 не ниже марки Ц2.

Раствор А: навеску цинка массой 0,100 г помещают в стакан вместимостью 100 см$^3$, приливают 10 см$^3$ раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до удаления оксидов азота, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм$^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см$^3$ раствора содержит 0,1 мг цинка.

Раствор Б: 25 см$^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см$^3$ раствора содержит 0,01 мг цинка.

Кадмий по ГОСТ 1467 или ГОСТ 22860, содержащий цинка не более $1 \cdot 10^{-4}$ %, раствор 100 мг/дм$^3$; 100 г кадмия в виде кусочков или стружки растворяют в 200—250 см$^3$ азотной кислоты. Кислоту приливают медленно небольшими порциями (примерно по 10 см$^3$). 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$^3$ 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 см$^3$, приливают 15—25 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до полного растворения металла и удаления оксидов азота. Приливают 25 см$^3$ воды, перемешивают, охлаждают, раствор количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ 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 см$^3$ отмеривают 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 см$^3$ раствора Б и 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 и 30,0 см$^3$ 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/дм$^3$ цинка), в каждую из колб приливают 10 см$^3$ раствора азотной кислоты 2 моль/дм$^3$, доливают до метки водой и перемешивают. Основой этих градуировочных растворов служит вода.

II серия: в четыре из пяти мерных колб вместимостью 100 см$^3$ отмеривают 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 см$^3$ раствора Б (что соответствует 0,2; 0,5; 1,0 и 2,0 мг/дм$^3$ цинка); в каждую из колб приливают 10 см$^3$ раствора азотной кислоты 2 моль/дм$^3$, 50 см$^3$ раствора кадмия 100 г/дм$^3$, 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, см$^3$;

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

$C$ — массовая концентрация цинка в градуировочном растворе, мг/дм$^3$;

$m$ — 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/дм$^3$;

$C_2$ — массовая концентрация цинка в растворе контрольного опыта, мг/дм$^3$;

$m$ — масса навески, г;

$V$ — объем мерной колбы, см$^3$.

**(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)**



gost.e-ecolog.ru