МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАДМИЙ

Методы определения таллия

ГОСТ 12072.1—79

Cadmium. Methods of thallium determination

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^3.

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

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

Срок годности фонового электролита — 7 дней.

Таллий по ГОСТ 18337.

Стандартные растворы таллия.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Раствор А: навеску таллия массой 0,250 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения металла, приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до выделения паров серного ангидрида. Охлаждают, смывают стенки 3—4 см³ воды и снова выпаривают, как указано выше. К остатку осторожно приливают 50—60 см³ воды, перемешивают, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг таллия.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 250 см³ отмеривают пипеткой 25 см³ раствора А, приливают 3 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг таллия.

Градуировочные растворы таллия (способ сравнения): в шесть из семи конических колб вместимостью 100 см³ отмеривают соответственно 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³ стандартного раствора Б и выпаривают до слегка влажного остатка. К остатку приливают по 45—50 см³ фонового электролита, перемешивают, количественно переводят в мерные колбы вместимостью 200 см³, доливают до метки фоном и перемешивают. Первые шесть растворов содержат соответственно 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5 и 10 мг/дм³ 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 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, добавляют 1,5—2 см³ азотной кислоты, выпаривают до объема 3—4 см³ и далее поступают, как указано в п. 2.3.

Таблица 1

Марка кадмия	Масса навески, г	Количество добавленного стандартного раствора, Б		Объем мерной колбы, см³	Массовая концентрация таллия, мг/дм³
		см³	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 см³, приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, нагревают до кипения, добавляют по каплям 1,5—2 см³ азотной кислоты и раствор выпаривают до объема 3—4 см³. Приливают 20 см³ 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 см³, ополаскивают колбу 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, и присоединяют к раствору в делительной воронке. В делительную воронку приливают 25 см³ этилового или изопропилового эфира и встряхивают в течение 1,5—2 мин. Жидкостям дают расслоиться, водный слой сливают в коническую колбу вместимостью 100 см³, а эфирный экстракт встряхивают 2 раза с 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, в течение 30 с. Промывную жидкость присоединяют к водному слою (в коническую колбу вместимостью 100 см³), в котором можно определить содержание свинца.

Эфирный экстракт помещают в чистую коническую колбу вместимостью 100 см³, предварительно добавив в нее 1 см³ воды, отгоняют эфир на водяной бане, к остатку прибавляют 1 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до выделения паров серной кислоты с добавлением 5—6 капель пероксида водорода. Стенки смывают 2—2,5 см³ воды и продолжают выпаривать до слегка влажного остатка.

К охлажденному остатку приливают 10 см³ фонового электролита, перемешивают, переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³ (массовая доля таллия до 0,005 %), 50 см³ (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^3 раствор.

Таллий по ГОСТ 18337.

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

1 см^3 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^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. № 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 растворения металла и удаления оксидов азота. Приливают 20—25 см^3 воды, перемешивают, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, 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^3 отмеривают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора (что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 мг/дм^3 таллия), в каждую из колб приливают по 10 см^3 раствора азотной кислоты 2 моль/дм^3, доливают водой до метки и перемешивают. Основой этих градуировочных растворов служит вода.

II серия: в четыре из пяти мерных колб вместимостью 100 см^3 отмеривают 0,5; 1,0; 2,0 и 4,0 см^3 стандартного раствора (что соответствует 0,5; 1,0; 2,0 и 4,0 мг/дм^3 таллия), 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 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^3;

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

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^3;

V — объем мерной колбы, см^3;

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, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, 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)**

gost.e-ecolog.ru