ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЦИНК

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА И КАДМИЯ

ГОСТ 19251.2—79
(ИСО 713—75, ИСО 1054—75)

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.5:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЦИНК

Метод определения свинца и кадмия

Zinc. Method of cadmium and lead determination

ГОСТ 19251.2—79

(ИСО 713—75, ИСО 1054—75)

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,001 до 2,5 %) и кадмия (при массовой доле кадмия от 0,0005 до 0,3 %).

Метод основан на одновременном полярографическом определении свинца и кадмия в кислом натриево-хлоридном растворе соответственно при потенциалах полуволн минус 0,47 и минус 0,67 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

Чувствительность метода определения свинца на осциллографическом полярографе 0,08 мг/дм^3, на переменно-токовом — 0,04 мг/дм^3, чувствительность определения кадмия на осциллографическом полярографе 0,05 мг/дм^3, на переменно-токовом — 0,02 мг/дм^3.

При массовой доле кадмия свыше 0,01 % допускается полярографирование кадмия на хлоридно-аммиачном фоне при потенциале полуволны минус 0,85 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

Стандарт полностью соответствует стандартам ИСО 713—75 и ИСО 1054—75.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 19251.0.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф осциллографический или полярограф переменного тока.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 2:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Гидразин дигидрохлорид по ГОСТ 22159 или натрий фосфорноватистокислый по ГОСТ 200.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, не содержащий свинца, и раствор 200 г/дм^3, в склянку вместимостью 2 дм^3 помещают 400 г хлористого натрия, прибавляют 10 см^3 соляной кислоты, доводят до объема 2 дм^3 водой и перемешивают.

Фоновый электролит: в склянку вместимостью 2 дм^3 помещают 400 г хлористого натрия, 10 г дигидрохлорида гидразина, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавляют водой до объема 2 дм^3 и перемешивают.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

Допускается применение фонового электролита следующего состава: в склянку вместимостью 2 $дм^3$ помещают 500 г хлористого натрия, 10 г фосфорноватистокислого натрия, приливают 7 $см^3$ соляной кислоты, разбавляют водой до объема 2 $дм^3$ и перемешивают.

Свинец марки С1 по ГОСТ 3778.

Кадмий марки Кд0 по ГОСТ 1467.

Стандартные растворы свинца и кадмия.

Раствор А: навески мелко нарезанного свинца массой 1,0000 г и кадмия 0,2000 г помещают в стакан вместимостью 1 $дм^3$, растворяют при нагревании в 30 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:3, и выпаривают досуха; приливают 10 $см^3$ соляной кислоты и выпаривают досуха. Выпаривание с 10 $см^3$ соляной кислоты повторяют еще два раза. К остатку прибавляют 600 $см^3$ раствора хлористого натрия, нагревают до растворения соли, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят до метки этим же раствором и перемешивают.

1 $см^3$ стандартного раствора А содержит 1 мг свинца и 0,2 мг кадмия.

Раствор Б: навески мелко нарезанного свинца массой 0,1000 г и 0,0500 г кадмия помещают в стакан вместимостью 1 $дм^3$, растворяют при нагревании в 30 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:3, и далее анализ проводят как указано в методике приготовления стандартного раствора А.

1 $см^3$ стандартного раствора Б содержит 0,1 мг свинца и 0,05 мг кадмия.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195.

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

Стандартный раствор кадмия: навеску кадмия массой 0,2500 г растворяют в 20 $см^3$ азотной кислоты 1:3. Переводят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ стандартного раствора кадмия содержит 0,5 мг кадмия.

Градуировочные растворы кадмия: в шесть конических колб вместимостью 100 $см^3$ помещают по 2,5 $см^3$ раствора хлористого цинка, 0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 и 3,0 $см^3$ стандартного раствора кадмия, по 20 $см^3$ соляной кислоты и 0,5 $см^3$ азотной кислоты, нагревают, добавляют по 15 $см^3$ воды и кипятят до удаления окислов азота. Охлаждают и переводят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$. Прибавляют по 40 $см^3$ аммиака, 0,5 г сульфита натрия, 2,5 $см^3$ раствора желатина. Доводят до метки водой и перемешивают.

Градуировочные растворы кадмия содержат 0; 1,0; 2,5; 5; 10 и 15 $мг/дм^3$ кадмия.

Цинк хлористый по ГОСТ 4529 безводный.

Цинк чистотой 99,99 %, металлический порошок или тонкая стружка.

Раствор соли хлористого цинка с содержанием 200 $г/дм^3$ цинка: готовят из хлористого цинка или из цинка.

Приготовление раствора хлористого цинка из соли: 800 г хлористого цинка помещают в колбу вместимостью 3 $дм^3$ и растворяют при перемешивании в 500 $см^3$ воды, соблюдая осторожность (раствор сильно разогревается). Прибавляют 20 $см^3$ соляной кислоты, 35—40 г металлического цинка и перемешивают в течение 30 мин (очистка от примесей свинца и кадмия). Раствор фильтруют через стеклянный фильтр № 2 (на фильтр добавляют около 2 г порошка цинка) без создания разряжения. Фильтрат собирают в склянку вместимостью 1 $дм^3$. 5 $см^3$ фильтрата выпаривают и определяют свинец и кадмий. При наличии этих элементов в растворе фильтрат переливают в колбу, в которой проводили очистку от примесей, прибавляют 10 $см^3$ соляной кислоты и очистку цинком повторяют. После очистки и фильтрования цинковый раствор разбавляют водой до объема 2 $дм^3$ и перемешивают.

Приготовление раствора хлористого цинка из металлического цинка: 400 г цинка в виде порошка (стружки) помещают в колбу вместимостью 3 $дм^3$ и растворяют в 50 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 2:1, а затем (по мере снижения скорости растворения цинка) добавляют порциями по 25—30 $см^3$ концентрированную соляную кислоту при частом перемешивании. На растворение цинка расходуется около 1,2 $дм^3$ соляной кислоты. После того как на дне колбы останется около 25—30 г цинка, прибавляют 25—30 г порошка цинка, 20 $см^3$ соляной кислоты и продолжают очистку до растворения, примерно, половины порошка цинка. Раствор фильтруют и проверяют на чистоту, как указано выше. Фильтрат разбавляют до объема 2 $дм^3$ водой.

Градуировочные растворы свинца и кадмия: в 13 конических колб вместимостью по 100 $см^3$ отмеривают в соответствии с табл. 1 стандартные растворы А или Б, раствор хлористого цинка и выпаривают до влажного остатка. Приливают по 45—50 $см^3$ фонового электролита, нагревают до растворения солей, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 200 $см^3$, разбавляют до метки фоновым электролитом и перемешивают.

Содержание свинца и кадмия в градуировочных растворах указано в табл. 1.

Таблица 1

Номер градуировочного раствора	Объем раствора, $см^3$			Содержание в растворе, $мг/дм^3$	
	хлористого цинка	стандартного		свинца	кадмия
		А	Б		
1	50	—	—	—	—
2	50	—	1	0,5	0,25
3	50	—	2	1	0,5
4	10	—	—	—	—
5	10	—	4	2	1
6	10	—	10	5	2,5
7	10	—	20	10	5
8	5	—	—	—	—
9	5	5	—	25	5
10	5	10	—	50	10
11	5	15	—	75	15
12	5	20	—	100	20
13	5	25	—	125	25

Растворы 1—7 применяют при анализе цинка, содержащего 0,02 % и меньше свинца, 0,01 % и меньше кадмия, а растворы 8—13 — для анализа цинка с большим содержанием этих примесей. Градуировочные растворы 1, 4 и 8 являются контрольными опытами с реактивами.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску цинка, отобранную в зависимости от массовой доли свинца и кадмия, по табл. 2, помещают в коническую колбу вместимостью 100—250 $см^3$, прибавляют небольшими порциями соответствующий объем соляной кислоты, разбавленной 2:1, и ведут растворение вначале без нагревания, а затем при нагревании. После растворения пробы прибавляют около 0,5 $см^3$ пероксида водорода и выпаривают до влажного остатка.

Таблица 2

Массовая доля, %		Навеска, г	Объем соляной кислоты, разбавленной 2:1, $см^3$	Вместимость мерной колбы, $см^3$
свинца	кадмия			
От 0,001 до 0,005	От 0,0005 до 0,002	2,5000	60	50
Св. 0,005 » 0,02	Св. 0,002 » 0,01	1,0000	20	100
» 0,02 » 2,5	» 0,01 » 0,3	0,5000	15	100

К остатку приливают 25 или 50 $см^3$ фонового электролита, нагревают до растворения солей, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 или 100 $см^3$ (табл. 2), доводят до метки фоновым электролитом и перемешивают.

Одновременно с этим проводят контрольные пробы на применяемые реактивы: в конические колбы вместимостью 100 $см^3$ помещают по 12,5 $см^3$ раствора хлористого цинка (для навески 2,5000 г), 5 $см^3$ (для навески 1,0000 г) или 2,5 $см^3$ (для навески 0,5000 г), приливают соответственно 60; 20 и 15 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 2:1, затем 0,5 $см^3$ пероксида водорода и выпаривают до начала кристаллизации хлористого цинка. К остатку приливают 25 или 50 $см^3$ фонового электролита; нагревают до растворения солей, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 или 100 $см^3$, как указано выше.

Часть раствора пробы (аналогично — контрольного опыта) заливают в полярографическую ячейку и проводят полярографирование свинца и кадмия соответственно при потенциалах полуволн минус 0,47 и минус 0,67 В относительно насыщенного каломельного электрода и оптимальных значениях диапазона тока. В аналогичных условиях полярографируют соответствующие градуировочные растворы. Полярографирование с применением полярографа переменного тока проводят при периоде капания ртути из капилляра 1—2,5 с и оптимальных значениях диапазона тока.

Из значений высот волн определяемого элемента вычитают значения высот волн контрольного опыта и рассчитывают содержание свинца и кадмия.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2. При массовой доле кадмия более 0,01 % допускается полярографирование кадмия на хлоридно-аммиачном фоне. Навеску цинка массой 0,5000 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, осторожно, небольшими порциями, прибавляют 20 см^3 соляной кислоты и 0,5 см^3 азотной кислоты и ведут растворение сначала без нагревания, а затем при нагревании. После полного растворения пробы добавляют 15 см^3 воды и кипятят до удаления оксидов азота. Охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Прибавляют 40 см^3 аммиака, 0,5 г сульфита натрия, 2,5 см^3 раствора желатина. Доводят до метки водой и перемешивают. Полученному раствору дают отстояться до осаждения гидроксида.

Часть раствора пробы (контрольного опыта) заливают в полярографическую ячейку и полярографируют кадмий при потенциале полуволны минус 0,85 В относительно насыщенного каломельного электрода при оптимальных значениях диапазона тока. В аналогичных условиях полярографируют соответствующие градуировочные растворы кадмия. Полярографирование с применением полярографа переменного тока проводят при периоде капания ртути из капилляра 1—2,5 с и оптимальных значениях диапазона тока.

Из значений высот волн кадмия вычитают значения высот волн контрольного опыта и вычисляют содержание кадмия.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю свинца или кадмия (X), %, вычисляют по формуле

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

где H — высота волны определяемого элемента в растворе пробы, мм;

V — объем мерной колбы, см^3;

C — концентрация определяемого элемента в градуировочном растворе, мг/дм^3;

h — высота волны определяемого элемента в градуировочном растворе, мм;

m — масса навески, г.

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью P = 0,95 не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля элемента, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %		Допускаемое расхождение результатов анализа, %	
	свинца	кадмия	свинца	кадмия
От 0,0005 до 0,0020 включ.	0,0003	0,0003	0,0004	0,0004
Св. 0,0020 » 0,0060 »	0,0006	0,0006	0,0008	0,0008
» 0,0060 » 0,0100 »	0,0010	0,0010	0,0015	0,0015
» 0,010 » 0,020 »	0,002	0,002	0,003	0,003
» 0,020 » 0,030 »	0,003	0,003	0,004	0,004
» 0,030 » 0,060 »	0,005	0,005	0,007	0,007
» 0,060 » 0,100 »	0,008	0,008	0,012	0,012
» 0,100 » 0,300 »	0,015	0,015	0,022	0,022
» 0,30 » 0,50 »	0,03	0,03	0,04	0,04
» 0,50 » 1,00 »	0,06	0,06	0,08	0,08
» 1,00 » 2,00 »	0,12	0,12	0,18	0,18
» 2,00 » 3,00 »	0,15	0,15	0,22	0,22

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.И. Лысенко, Л.И. Максай, Р.Д. Коган, В.А. Колесникова, Н.А. Романенко, Р.А. Пестова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.08.79 № 3077

3. Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 от 26.04.95)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Азербайджан	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Киргизстан	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Республика Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

4. Стандарт полностью соответствует стандартам ИСО 713—75, ИСО 1054—75

5. ВЗАМЕН ГОСТ 19251.2—73

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 195—77	2
ГОСТ 200—76	2
ГОСТ 1467—93	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 3778—77	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4529—78	2
ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 11293—89	2
ГОСТ 19251.0—79	1.1
ГОСТ 22159—76	2

7. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

8. ПЕРЕИЗДАНИЕ (февраль 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в октябре 1984 г., апреле 1989 г., июне 1996 г. (ИУС 1—85, 7—89, 9—96)

Редактор *М.И.Максимова*
Технический редактор *В.Н.Прусакова*
Корректор *А.С.Черноусова*
Компьютерная верстка *А.Н.Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.02.98. Подписано в печать 20.03.98. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70.
Тираж 161 экз. С/Д 4476. Зак. 141.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru