Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ
СОЕДИНЕНИЯ ЦИНКА

Полярографический метод определения примеси меди, свинца и кадмия

ГОСТ 21979—76

Reagents. Zinc compounds. Polarographic method for the determination of copper, lead and cadmium as impurities

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 июня 1976 г. № 1587 дата введения установлена

01.07.77

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и особо чистые вещества и устанавливает полярографический метод определения примеси меди, свинца и кадмия в соединениях цинка при содержании их в анализируемом препарате в пределах 0,01—0,0005 % и 0,0005—0,000005 %.

Стандарт не распространяется на окись цинк-ванадия, ванадиевокислый, вольфрамовокислый, молибденовокислый, железистосинеродистый и мышьяковистый цинк.

Сущность метода заключается в изменении силы тока, обусловленного электрохимическим процессом, в зависимости от количества определяемой примеси в анализируемом растворе и в растворах сравнения. Потенциалы полуволн: Cu—0,22 В, Pb—0,45 В, Cd—0,65 В.

Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ МЕДИ, СВИНЦА И КАДМИЯ ПРИ СОДЕРЖАНИИ ИХ В СОЕДИНЕНИЯХ ЦИНКА В ПРЕДЕЛАХ 0,01—0,0005 %

1.1. Определение основано на восстановлении ионов определяемых примесей на ртутном капающем электроде.

1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф ПУ-1 или любой другой, имеющий режим полярографирования постоянного тока.

Ячейка полярографическая с насыщенным каломельным или хлорсеребряным электродом (или донной ртутью) — анодом и с ртутным капающим электродом — катодом.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88* 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг.

Колба мерная 1—25—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 8—2—0,2 и 6—1—5 по ГОСТ 29227—91.

Чаша 20 по ГОСТ 19908—90.

Цилиндр 1—10 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—89, раствор с массовой долей желатина 0,1 %.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей аскорбиновой кислоты 25 %.

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., концентрированная, раствор 1 : 1 и концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Азот газообразный по ГОСТ 9293—74 или любой инертный газ (в баллоне).

Соединения цинка, не содержащие примеси определяемых элементов или с минимальным их содержанием; определение проводят методом добавок.

Ртуть по ГОСТ 4658—73, *Р*-0, очищенная для полярографических работ.

Растворы, содержащие по 1 мг/см^3 меди, свинца и кадмия; готовят по ГОСТ 4212—76.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2.1. **(Исключен, Изм. № 1).**

1.3. Подготовка к анализу

Навеска анализируемого препарата составляет 5,00 г. Легкорастворимые препараты растворяют в цилиндре в 10 см^3 раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3. Труднорастворимые препараты растворяют в кварцевой чаше при нагревании в 15 см^3 раствора (1 : 1) соляной кислоты, прибавляют 5 см^3 концентрированной соляной кислоты, выпаривают на кипящей водяной бане почти досуха. Остаток обрабатывают 3—5 см^3 воды и выпаривают почти досуха. Обработку водой и выпаривание повторяют. Остаток растворяют в цилиндре в 10 см^3 раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3.

В препаратах с органическими анионами (кроме винно-, муравьино-, уксусно- и лимоннокислых) перед определением следует провести удаление органических веществ по ГОСТ 17319—76.

Одновременно в тех же условиях с теми же количествами реактивов проводят контрольный опыт, и при необходимости в расчетную формулу вводят поправку.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.4. Проведение анализа

1.4.1. 5 мл полученного раствора препарата вносят пипеткой 6—1—5 в полярографическую ячейку, прибавляют 1 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, 0,1 см^3 раствора желатины, перемешивают, продувают в течение 10—20 мин азот или инертный газ и снимают полярограмму при визуально подобранной чувствительности в интервале потенциалов от 0,0 до —0,8 В со скоростью 200—400 мВ/мин.

Чувствительность прибора подбирают так, чтобы высота волны определяемой примеси была не менее 20—30 мм.

Содержание каждой примеси в препарате находят по методу добавок или по градуировочному графику.

1.4.2. *Определение по методу добавок*

В ту же ячейку прибавляют растворы, содержащие медь, свинец и кадмий, в объеме, соответствующем нормативно-технической документации на анализируемый препарат, перемешивают, продувают в течение 10—20 мин азот или инертный газ и снова снимают полярограмму. Суммарная погрешность приготовления этих растворов не должна превышать ±1 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Высоты волн для определяемых примесей в растворах с добавками должны быть примерно вдвое больше высот волн определяемых примесей в анализируемых растворах.

1.4.3. Обработка результатов

Массовую долю каждой примеси (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot h_1 \cdot 100}{\left(\frac{V_2}{V_1} h_2 - h_1\right) \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса определяемой примеси, введенная с раствором, содержащим Cu, Pb и Cd, мг.

h_1 — высота волны определяемой примеси в анализируемом растворе, мм;

h_2 — высота волны определяемой примеси в растворе с добавками, мм;

m — масса навески препарата в ячейке, г;

V_1 — объем раствора в ячейке до введения раствора, содержащего Cu, Pb и Cd, см^3;

V_2 — общий объем раствора в ячейке, см^3.

1.4.4. *Определение по градуировочному графику*

Для построения градуировочного графика готовят шесть растворов сравнения. Для приготовления каждого раствора сравнения 12,5 г соответствующего препарата, не содержащего примеси опре-

деляемых элементов, или с минимальным их содержанием, растворяют по п. 1.3, переносят в мерную колбу и прибавляют растворы, содержащие медь, свинец и кадмий в количествах, указанных в таблице. Объем каждого раствора доводят раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3 до метки и перемешивают.

Номер раствора сравнения	Объем раствора, содержащего примеси, см^3			Введено в растворы сравнения в виде добавок, мг/25 см^3			Массовая доля в растворе сравнения в пересчете на препарат, %		
	Cu	Pb	Cd	Cu	Pb	Cd	Cu	Pb	Cd
1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2	0,05	0,5	0,1	0,05	0,5	0,1	0,0004	0,004	0,008
3	0,075	0,75	0,2	0,075	0,75	0,2	0,0006	0,006	0,016
4	0,10	1,0	0,3	0,10	1,0	0,3	0,0008	0,008	0,024
5	0,125	1,5	0,4	0,125	1,5	0,4	0,0010	0,012	0,032
6	0,15	2,0	0,5	0,15	2,0	0,5	0,0012	0,016	0,040

Снимают полярограмму каждого раствора, измеряют полученные высоты волн определяемых примесей и строят градуировочные графики, откладывая на оси абсцисс массовую долю определяемой примеси в пересчете на препарат, на оси ординат — высоты волн определяемых примесей в миллиметрах.

Для построения каждой точки графика вычисляют среднее арифметическое значение высот волн трех параллельных определений примесей. Градуировочный график проверяют один раз в три месяца, а также при замене реактивов, индикаторного электрода или полярографа.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по градуировочному графику.

1.5. За результат анализа по методу добавок или по градуировочному графику принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 5 % относительно определяемых концентраций.

Пределы допускаемого значения относительной суммарной погрешности результата анализа по методу добавок ±0,3 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

1.4.1—1.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ МЕДИ, СВИНЦА И КАДМИЯ ПРИ СОДЕРЖАНИИ ИХ В СОЕДИНЕНИЯХ ЦИНКА В ПРЕДЕЛАХ 0,0005—0,000005 %

2.1. Определение основано на предварительном накоплении определяемых элементов на висящей ртутной капле или ртутно-графитовом электроде и снятии кривых анодного растворения образующихся амальгам.

Содержание каждой примеси в препарате находят по методу добавок.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф ПУ-1 или любой другой, имеющий режим полярографирования постоянного тока, или потенциостат.

Мешалка магнитная с магнитом, запаянным в стекло или полиэтилен.

Ячейка полярографическая с насыщенным каломельным (или хлорсеребряным) электродом — анодом и с висящей каплей ртути или ртутно-графитовым электродом — катодом.

Азот газообразный по ГОСТ 9293—74 или любой инертный газ (в баллоне).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., раствор концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Растворы, содержащие по 1 мг/см^3 Hg (II), Cu, Pb, Cd; готовят по ГОСТ 4212—76.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.1. **(Исключен, Изм. № 1).**

2.3. Проведение анализа

Подготовку анализируемого препарата проводят по п. 1.3. 10 см^3 анализируемого раствора помещают в полярографическую ячейку, (прибавляют 0,2 см^3 раствора ртути при работе с графитовым электродом), перемешивают, продувают в течение 10—20 мин азот или инертный газ, включа-

ют магнитную мешалку и проводят накопление определяемых элементов при потенциале — 1,0 В в течение 3—15 мин. Затем мешалку останавливают и через 30 с снимают анодную полярограмму от — 0,8 до 0,0 В. Затем проводят деполяризацию при потенциале — 0,05 В в течение 1—3 мин, после этого в ту же ячейку прибавляют растворы, содержащие медь, свинец и кадмий, масса которых (в миллиграммах) соответствует нормативно-технической документации на анализируемый препарат. Затем снова проводят накопление и снимают анодную полярограмму, как описано выше.

Высоты волн определяемых примесей в растворах с добавками должны быть примерно вдвое больше высот волн определяемых примесей в анализируемом растворе.

Допускается проведение анализа без предварительного продувания анализируемого раствора азотом или инертным газом в тех случаях, когда аналитический сигнал определяемых элементов четко проявляется в присутствии растворенного кислорода.

2.4. Обработку результатов проводят по п. 1.4.3.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 15% относительно определяемых концентраций.

Пределы допускаемого значения относительной суммарной погрешности результата анализа ±10 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

2.3, 2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru