УДК 669.25:546.815.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОБАЛЬТ

Методы определения свинца

Cobalt.
Lead determination methods

ГОСТ 741.13—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения свинца при массовой доле от 0,0001 до 0,002 % и атомно-абсорбционный метод при массовой доле от 0,0004 до 0,002 %.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 741.1.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении светопоглощения комплексного соединения свинца с дитизоном при длине волны 503 нм после предварительного отделения свинца экстракцией с хлороформным раствором диэтилдитиокарбаминовой кислоты.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа.

pH-метр.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, растворы 1 : 1 и 0,1 М.

Хлороформ по ГОСТ 20015, перегнанный.

Четыреххлористый углерод по ГОСТ 20288.

Натрия диэтилдитиокарбомат по ГОСТ 8864, раствор 10 г/дм^3, свежеприготовленный.

Кислота соляная по ГОСТ 14261 и 6М раствор.

Раствор диэтилдитиокарбаминовый кислоты в хлороформе: 40 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия помещают в де-

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

лительную воронку, добавляют 1,6 см³ 6М раствора соляной кислоты и встряхивают 30 с с 40 см³ хлороформа. После разделения жидкостей хлороформный слой сливают и хранят при температуре не выше 10 °С. Раствор готовят за 1 ч до применения.

Бумага индикаторная универсальная.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 100 г/дм³.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, перегнанный в раствор 1 : 100.

Калий цианистый, раствор 50 г/дм³ и 10 г/дм³.

Промывной раствор: 2 г винной кислоты растворяют в 20 см³ воды, добавляют 15 см³ раствора гидроксида натрия, 10 см³ раствора цианистого калия 10 г/дм³ и 5 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 100 г/дм³, очищенный дитизоном.

Очистку дитизоном проводят в делительной воронке встряхиванием реактива с небольшими порциями раствора дитизона до тех пор, пока последняя порция дитизона сохранит зеленую окраску, затем реактив промывают 5—10 см³ четыреххлористого углерода и органический слой отбрасывают.

Аммоний лимоннокислый двузамещенный по ГОСТ 3653, раствор 50 г/дм³: очищают дитизоном, как указано выше.

Дитизон по ГОСТ 10165, раствор в хлороформе 0,5 г/дм³ (хранят основной раствор дитизона при 5—10°С).

Основной раствор дитизона: 0,10 г дитизона растворяют в 100 см³ хлороформа, переносят в делительную воронку вместимостью 500 см³, добавляют 100 см³ раствора аммиака, встряхивают в течение 2 мин, при этом дитизон переходит в аммиачный раствор, окрашивая его в оранжевый цвет, а продукты окисления дитизона остаются в слое органического растворителя, который отделяют, переносят его в другую делительную воронку. Операцию извлечения дитизона повторяют с 50 см³ раствора аммиака.

Аммиачные экстракты сливают, приливают 200 см³ хлороформа, и, встряхивая воронку, добавляют по каплям 6М раствор соляной кислоты до обесцвечивания водного слоя.

При этом дитизон растворяется в хлороформе. Раствор дитизона отделяют и переносят в другую воронку, промывают два раза водой и фильтруют через сухой фильтр в склянку из темного стекла.

Рабочий раствор дитизона: 5 см³ основного раствора разбавляют до 100 см³ хлороформом.

Раствор I для комплексообразования мешающих элементов: в мерной колбе вместимостью 500 см³ смешивают 30 см³ раствора цианистого калия 50 г/дм³, 15 см³ раствора лимоннокислого аммония 50 г/дм³, 5 см³ аммиака и доливают до метки водой.

Раствор II для удаления избыточного дитизона: в мерной колбе вместимостью 500 см³ смешивают 10 см³ раствора цианистого калия 50 г/дм³, 5 см³ раствора аммиака и доливают до метки водой.

Свинец по ГОСТ 3778.

Стандартные растворы свинца.

Раствор А: навеску 0,1000 г растворяют в 10 см³ азотной кислоты, выпаривают до объема 2—3 см³, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки 0,1 М раствором азотной кислоты.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-3}$ г свинца.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой.

1 см³ раствора Б содержит $1 \cdot 10^{-5}$ г свинца.

Раствор В: 20 см³ раствора Б переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой.

1 см³ раствора В содержит $2 \cdot 10^{-6}$ г свинца.

Растворы Б и В готовят в день применения.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску кобальта помещают в кварцевый стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в растворе азотной кислоты 1 : 1 при нагревании. Масса навески и количество азотной кислоты приведены в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля свинца, %	Масса навески, г	Объем азотной кислоты, см³
От 0,0001 до 0,0002 включ.	3,0000	25
Св. 0,0002 » 0,002 »	0,5000—1,0000	15

Раствор выпаривают до объема 7—10 см³ и приливают 15—20 см³ воды, затем перемешивают, ставят на холодное место и добавляют 30—40 см³ холодной воды; pH раствора проверяют на pH-метре или по индикаторной бумаге (pH должно быть 0,2—1,0). Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 200 см³, добавляют 5 см³ холодного хлороформного раствора диэтилдитиокарбоминовой кислоты и экстрагируют 30 с. После расслоения жидкостей нижний слой сливают в другую делительную воронку вместимостью 100 см³ и экстракцию повторяют.

Органические экстракты собирают во второй делительной воронке, а водный слой отбрасывают.

Во вторую делительную воронку приливают 10—15 см³ промывного раствора и встряхивают 15 с. После расслоения жидкостей

нижний промывной слой переводят в стакан, в котором проводилось разложение пробы, и помещают на водяную баню для удаления хлороформа.

К сухому остатку приливают 3—4 см³ пероксида водорода, добавляют две капли раствора хлористого натрия и помещают на горячую плиту. Когда на дне стакана останутся 1—2 капли, стакан снимают с плиты, тщательно обмывают его стенки водой и выпаривают досуха. Удаление пероксида водорода выпариванием раствора с водой досуха повторяют 3—4 раза.

Затем стакан снимают с плиты, добавляют 3 см³ 0,1М раствора азотной кислоты и растворяют остаток при нагревании.

Охлажденный раствор переводят в делительную воронку вместимостью 50 см³ (стакан тщательно обмывают минимальным количеством воды), приливают 10 см³ раствора I и экстрагируют свинец рабочим раствором дитизона, добавляя его по 1—2 см³, после чего встряхивают воронку 20 с. Экстракцию раствором дитизона продолжают до тех пор, пока последняя порция не будет окрашена в бледно-сиреневый цвет. Органические слои переводят в другую воронку, добавляют 20 см³ раствора II и встряхивают 10 с.

Органическую фазу, которая может иметь окраску от розовой до красной (в зависимости от массовой доли свинца) переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают до метки хлороформом.

Измеряют светопоглощение экстракта при длине волны 503 нм.

В качестве раствора сравнения используют хлороформ.

Массу свинца в анализируемом растворе находят по градуировочному графику с поправкой на массу свинца в растворе контрольного опыта.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В делительные воронки вместимостью 50 см³ отбирают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00; 6,00 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,001; 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010; $0{,}012 \cdot 10^{-3}$ г свинца, добавляют 3 см³ 0,1 М раствора азотной кислоты, 10 см³ раствора I и экстрагируют свинец рабочим раствором дитизона, добавляя его по 1—2 см³ и встряхивая воронку 20 с. Далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

В качестве раствора сравнения используют хлороформ.

По полученным значениям светопоглощения и соответствующим им массам свинца строят градуировочный график с поправкой на значение светопоглощения градуировочного раствора, не содержащего свинца.

2.4. Массовую долю свинца (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса свинца, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески кобальта, г.

2.4.1. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (d) и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (D), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля свинца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,0001 до 0,0002 включ.	0,00006	0,00008
Св. 0,0002 » 0,0004 »	0,00008	0,00008
» 0,0004 » 0,0008 »	0,0001	0,0001
» 0,0008 » 0,0010 »	0,0002	0,0002
» 0,0010 » 0,0020 »	0,0003	0,0003

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции свинца в пламени ацетилен-воздух при длине волны 217 нм после предварительного отделения свинца на гидроксиде железа.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с коррекцией фона.

Источник излучения для свинца.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, раствор 1 : 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, перегнанный раствор 1 : 19.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Порошок железный по ГОСТ 9849: раствор азотнокислого железа: 1,0000 г железного порошка растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,01 г железа.

Свинец металлический по ГОСТ 3778.

Стандартные растворы свинца.

Раствор А: 0,1000 г свинца растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты. После удаления оксидов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой.

1 см³ раствора А содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г свинца.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой.

1 см³ раствора Б содержит $1 \cdot 10^{-5}$ г свинца.

Раствор Б готовят в день применения.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску кобальта массой 5,0000 г растворяют в 50 см³ раствора азотной кислоты. После удаления оксидов азота раствор разбавляют водой до 100—150 см³, прибавляют 2 см³ раствора азотнокислого железа, нагревают до 70 °С, нейтрализуют раствор аммиаком, добавляя по каплям 5—10 см³, затем вливают раствор пробы в стакан с 100 см³ аммиака при тщательном перемешивании, обмывая стакан 3—4 раза горячим раствором аммиака. Раствор с осадком выдерживают в теплом месте в течение 30 мин. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности (белая лента), обмывая стакан 3—4 раза горячим раствором аммиака до тех пор, пока фильтрат не станет бесцветным. Затем растворяют осадок на фильтре в смеси горячего раствора азотной кислоты и пероксида водорода (20 см³ раствора азотной кислоты и 2 см³ пероксида водорода). Фильтр промывают 3—4 раза горячей водой. Раствор кипятят для разрушения пероксида водорода, выпаривают до объема 5—10 см³, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³ и доливают до метки водой.

Распыляют последовательно в пламя анализируемые растворы, градуировочные растворы, растворы контрольного опыта и измеряют величины атомной абсорбции свинца при длине волны 283,3 или 217 нм. Концентрацию свинца в анализируемых растворах находят по градуировочному графику с поправкой на концентрацию свинца в растворах контрольного опыта.

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 25 см³ помещают 0; 2,00; 4,00; 5,00; 6,00; 10,00 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,8; 1,6; 2,0; 2,4; $4,0 \cdot 10^{-6}$ г/см³ свинца, приливают 5 см³ раствора азотной кислоты и доливают до метки водой. Полученные растворы распыляют в пламя ацетилен-воздух в соответствии с п. 3.3.1.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям строят градуировочный график с поправкой на величину атомной абсорбции градуировочного раствора, не содержащего свинца.

3.4. Обработка результатов анализа

3.4.1. Массовую долю свинца (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация свинца в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем фотометрируемого раствора, см^3;

m — масса навески кобальта, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (d) и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (D), не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля свинца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,00040 до 0,00080 включ.	0,00008	0,00010
Св. 0,0008 » 0,0010 »	0,0002	0,0002
» 0,0010 » 0,0020 »	0,0003	0,0003

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством металлургии СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В. Л. Хитев, А. М. Мотенко, Л. В. Кирьянова, С. К. Калинин

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.11.91 № 1749

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 741.13—80**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 741.1—80	Разд. 1
ГОСТ 3653—78	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2
ГОСТ 3778—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4233—77	2.2
ГОСТ 4328—77	2.2
ГОСТ 5817—77	2.2
ГОСТ 8864—71	2.2
ГОСТ 9849—86	3.2
ГОСТ 10165—79	2.2
ГОСТ 10929—76	2.2, 3.2
ГОСТ 11125—84	2.2, 3.2
ГОСТ 14261—77	2.2
ГОСТ 20015—88	2.2
ГОСТ 20288—74	2.2

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *В. М. Смирнова*

Сдано в наб. 09.12.91 Подп. в печ. 03.01.92 Усл. печ. л. 1,0. Усл. кр.-отт. 1,13. Уч.-изд. л. 0,90.
Тир. 550 экз. Цена 28 р. 25 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 705

gost.e-ecolog.ru