УДК 669.25 : 546.47.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОБАЛЬТ

Методы определения цинка

COBALT
Methods for the determination of zinc

ГОСТ 741.12—80

Взамен ГОСТ 741.12—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 января 1980 г. № 48 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и полярографический методы определения цинка.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 741.0—80.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД (при массовой доле цинка от 0,0008 до 0,01%)

2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции цинка в пламени при длине волны 213,8 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, включающий лампу с цинковым полым катодом и всеми принадлежностями, обеспечивающий чувствительность определения цинка 0,005 мкг/мл на 1% поглощения.

Баллон ацетилена с редуктором, ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Компрессор воздушный.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77.

gost.e-ecolog.ru

Кобальт металлический по ГОСТ 123—78, марки К0 (содержащий не более 0,0005% цинка), содержание цинка устанавливается полярографическим методом.

Кобальт азотнокислый, 10%-ный раствор: навеску кобальта марки К0 массой 10 г растворяют в 70 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, выпаривают до влажных солей, слегка охлаждают, приливают 15—20 мл воды и нагревают до растворения солей. Полученный раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—79.

Стандартные растворы цинка.

Раствор А: 1 г металлического цинка растворяют соляной кислотой, приливая ее порциями по 5—10 мл до полного растворения металла. Раствор упаривают до 2—3 мл, приливают 100 мл воды и переносят в мерную колбу вместимостью 1 л. 1 мл раствора А содержит 1 мг цинка.

Раствор Б: 10 мл раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 1 л и доливают до метки водой. 1 мл раствора Б содержит 0,01 мг цинка.

Для проведения анализа и хранения реактивов применяют посуду из кварцевого стекла и полиэтилена.

2.3. Проведение анализа

Навеску кобальта массой 5 г помещают в кварцевый стакан вместимостью 300 мл, растворяют в 50 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, выпаривают до влажных солей, слегка охлаждают, приливают 15—20 мл воды, нагревают до растворения солей.

Полученный раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор кобальта распыляют в пламя атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию меди в пламени при длине волны 213,8 нм. Одновременно проводят контрольный опыт. Величину оптической плотности контрольного опыта вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора. Содержание цинка в растворе устанавливают по градуировочному графику.

2.4. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 100 мл помещают 50 мл 10%-ного раствора азотнокислого кобальта с известным содержанием цинка и приливают последовательно такое количество стандартного раствора Б, чтобы общее содержание цинка в колбах составляло 0,010; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100; 0,150 мг цинка. Затем колбы доливают водой до метки и перемешивают. Полученные растворы фотометрируют на атомно-абсорбционном спектрофотометре одновременно с анализируемым раствором пробы, как указано в п. 2.3.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески кобальта, г.

2.5.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 10 отн. %.

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД
(при массовой доле цинка от 0,0005 до 0,03%)

3.1. Сущность метода

Метод основан на отделении цинка от кобальта и большинства мешающих примесей на аниоките в хлор-ион форме. Анализ заканчивают полярографированием цинка на аммонийно-аммиачном фоне в присутствии комплексона I.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф электронный.

Колонки ионообменные внутренним диаметром 10—11 мм и высотой около 500 мм, заполненные примерно 5 г анионита.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, очищенная на смоле-катионите типа КУ-2.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77 и 2 н. раствор, дополнительно очищенный на аниоките.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, перегнанный, плотностью 0,91 г/см^3, разбавленный 1 : 10.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 4 н. водный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, насыщенный водный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 1%-ный водный раствор.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) по ГОСТ 195—77, насыщенный при 20 °С водный раствор, дополнительно 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, после чего реактив промывают 5—10 мл четыреххлористого углерода и органический слой отбрасывают.

Кислота нитрилтриуксусная (комплексон I) по ГОСТ 10329—74.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, 1%-ный водный раствор.

Смола-анионит типа АВ-17; фракцию ионообменной смолы 0,25—0,5 мм замачивают в 2 н. растворе соляной кислоты на сутки, после чего переносят в колонку, в нижней части которой находится стеклянная вата, промывают 2 н. раствором соляной кислоты до исчезновения желтой окраски в элюате, пропускают 200 мл воды и 100 мл 2 н. раствора соляной кислоты для перевода смолы в хлор-ион форму. После этого колонка готова к работе. Скорость пропускания раствора через колонку 1,5—2 мл в мин.

Смола-катионит КУ-2: фракцию ионообменной смолы 0,25—0,50 мм замачивают в растворе хлористого натрия, промывают 10%-ным раствором гидроокиси натрия, затем водой и 2 н. раствором соляной кислоты до исчезновения желтой окраски в элюате. После этого еще раз промывают водой до отрицательной реакции на хлор-ион с азотнокислым серебром.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74, перегнанный.

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по ГОСТ 10165—79, 0,004%-ный раствор в четыреххлористом углероде.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—79.

Стандартные растворы цинка.

Раствор А: 1 г цинка растворяют в соляной кислоте, приливая ее порциями по 10—20 мл до полного растворения металла. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, приливают 40 мл соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 1 мг цинка.

Раствор Б: 10 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки колбы 2 н. раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,1 мг цинка.

Раствор В: 10 мл раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доливают водой до метки.

1 мл раствора В содержит 0,01 мг цинка. Раствор годен только в день приготовления.

Аммонийно-аммиачный фон: в мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 0,02 г нитрилтриуксусной кислоты, растворяют в 0,7 мл аммиака, разбавленного 1 : 10, приливают 0,5 мл раствора желатины и доливают до метки водой.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Для проведения анализа и хранения реактивов применяют посуду из кварцевого стекла, очищенную кипячением в ней 2 н. раствора соляной кислоты и полиэтиленовую посуду, очищенную дитизоном. Для очистки полиэтиленовой посуды в нее наливают несколько миллилитров воды, немного раствора дитизона и встряхи-

вают 1—2 мин. Воду и дитизон меняют до тех пор, пока не сохранится первоначальная окраска дитизона.

Затем посуду встряхивают с несколькими миллилитрами четыреххлористого углерода и многократно промывают водой.

3.3. Проведение анализа

Навеску кобальта массой, указанной в табл. 1, растворяют в 30—50 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1.

Таблица 1

Массовая доля цинка, %	Масса навески, г	Объем мерной колбы, мл	Аликвотная часть, мл
От 0,0005 до 0,0008	4	100	—
„ 0,0009 „ 0,0012	3	100	—
„ 0,0013 „ 0,0025	2	100	—
„ 0,003 „ 0,006	1	100	—
„ 0,0065 „ 0,009	0,5	100	—
„ 0,01 „ 0,02	1	100	25
„ 0,02 „ 0,03	1	200	25

Раствор выпаривают до получения влажных солей, охлаждают, приливают 10—15 мл соляной кислоты и вновь выпаривают. Выпаривание повторяют дважды. Последний раз на теплой плите раствор осторожно выпаривают досуха.

Сухой остаток растворяют в 50—100 мл 2 н. соляной кислоты.

Раствор небольшими порциями отфильтровывают через беззольный фильтр в ионообменную колонку, несколько раз обмывают стакан и фильтр 2 н. раствором соляной кислоты и промывают колонку 150 мл 2 н. раствора соляной кислоты порциями по 10—20 мл.

Очередную порцию соляной кислоты доливают только после того, как первая стечет до уровня смолы. При этом необходимо следить, чтобы верхний слой всегда был под слоем жидкости.

Из ионообменных колонок цинк вымывают 100 мл воды порциями по 10 мл в мерную колбу (см. табл. 1). Элюат или аликвотную часть его небольшими порциями переводят в стакан вместимостью 50 мл и выпаривают на плите сначала до 5—10 мл, а затем досуха на водяной бане.

Сухой остаток растворяют в 10 мл аммонийно-аммиачного фона и полярографируют при потенциале от минус 1,48 В с выносным каломельным электродом. Одновременно проводят контрольные опыты. Определение массовой доли цинка проводят методом сравнения со стандартными растворами.

Высоту волны стандартного раствора определяют из двух параллельных аликвотных частей.

В стаканы вместимостью по 50 мл отбирают 2; 3; 5 мл стандартного раствора В, выпаривают досуха на водяной бане. Сухой остаток растворяют в 10 мл аммонийно-аммиачного фона и полярографируют одновременно с пробами в одинаковых условиях.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{h_1 \cdot m_1 \cdot 100}{h \cdot m},$$

где m_1 — масса цинка в стандартном растворе, г;

m — масса навески кобальта, г;

h_1 — высота волны цинка, за вычетом высоты волны раствора контрольного опыта, мм;

h — высота волны стандартного раствора, мм.

3.4.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля цинка, %	Допускаемые расхождения, отн. %
От 0,0005 до 0,0025	15
Св. 0,0025 „ 0,005	10

Изменение № 1 ГОСТ 741.12—80 Кобальт. Методы определения цинка

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.01.86 № 55 срок введения установлен

с 01.07.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы и значение: мл на $см^3$, л на $дм^3$, 2 н. на 2 М.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 741.0—80 на ГОСТ 741.1—80.

Пункт 2.2. Шестой абзац. Исключить слова: «(содержащий не более 0,0005 % цинка), содержание цинка устанавливается полярографическим методом»;

седьмой абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор 100 г/$дм^3$».

Пункт 2.3. Третий абзац. Заменить слово: «меди» на «цинка».

Пункты 2.4, 2.5.2 изложить в новой редакции: «2.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ помещают 50 $см^3$ раствора азотнокислого кобальта, приливают последовательно 0; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,010; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100; 0,150 мг цинка. Доливают колбы водой до метки и перемешивают. Полученные растворы фотометрируют вместе с пробами, как указано в п. 2.3. Величину оптической плотности контрольного раствора вычитают из величины оптической плотности стандартного раствора.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2».

(Продолжение см. с. 84)

Пункт 3.2. Седьмой абзац. Заменить значение: 4 н. на 4 М;

заменить слова: «1 %-ный водный раствор» на «водный раствор 10 г/дм^3» (2 раза); «хлор—ион» на «хлорид-ион» (2 раза); «10 %-ным раствором гидроокиси» на «раствором гидроокиси»; «0,004 %-ный раствор» на «раствор 0,04 г/дм^3»; после слов «по ГОСТ 4328—77» дополнить словами: «раствор 100 г/дм^3».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0005 до 0,0008 включ.	0,0002
Св. 0,0008 » 0,0015 »	0,0003
» 0,0015 » 0,004 »	0,0006
» 0,004 » 0,008 »	0,001
» 0,008 » 0,015 »	0,002
» 0,015 » 0,03 »	0,004

(ИУС № 5 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 741.12—80 Кобальт. Методы определения цинка

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Раздел 2. Наименование изложить в новой редакции: «**2. Атомно-абсорбционный метод определения цинка (от 0,0008 до 0,003 %)**».

Пункт 2.2. Первый — третий абзацы изложить в новой редакции: «Спектрофотометр атомно-абсорбционный с коррекцией фона.

Источник излучения для цинка»;

заменить слово: «разбавленная» на «раствор»;

дополнить абзацем (после четвертого): «Вода дистиллированная»;

шестой, седьмой абзацы изложить в новой редакции: «Кобальт марки КО по ГОСТ 123—78 с известным содержанием цинка, азотно-кислый раствор: 10,00 г кобальта растворяют в 70 см³ раствора азотной кислоты 1 : 1, выпаривают до влажных солей, охлаждают, приливают 15—20 см³ воды и нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,1 г кобальта»;

десятый, одиннадцатый абзацы. Заменить значения: 1 мг на $1 \cdot 10^{-3}$ г; 0,01 мг на $1 \cdot 10^{-5}$ г;

последний абзац изложить в новой редакции: «Для хранения реактивов используют посуду из кварцевого стекла и полиэтилена»;

заменить ссылку: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84.

Пункты 2.3, 2.5.1, 2.5.2 изложить в новой редакции: «2.3. Проведение анализа

Навеску кобальта массой 5,0000 г помещают в кварцевый стакан вместимостью 300 см³, растворяют в 50 см³ раствора азотной кислоты 1 : 1, выпаривают до влажных солей, охлаждают, приливают 15—20 см³ воды, нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

Распыляют последовательно в пламя анализируемые растворы, градуировочные растворы, растворы контрольного опыта при длине волны 213,8 нм.

(Продолжение см. с. 50)

Концентрацию цинка в анализируемых растворах находят по градуировочному графику с поправкой на концентрацию цинка в растворах контрольного опыта.

2.5.1. Массовую долю цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где C — концентрация цинка в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем фотометрируемого раствора, см³;

m — масса навески кобальта, г.

2.5.2. 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. 2.

Таблица 2

Массовая доля цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,0005 до 0,0008 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0008 » 0,0015 »	0,0003	0,0004
» 0,0015 » 0,0040 »	0,0004	0,0005
» 0,004 » 0,008 »	0,001	0,001
» 0,008 » 0,015 »	0,002	0,002
» 0,015 » 0,080 »	0,004	0,004

Раздел 3. Наименование изложить в новой редакции: **«3. Полярографический метод определения цинка при массовой доле от 0,0005 до 0,03 %».**

(Продолжение см. с. 51)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.12—80)

Пункт 3.2 изложить в новой редакции: «3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного тока. Допускается применение других полярографов.

Колонки ионообменные внутренним диаметром 10—11 мм и высотой 200—300 мм.

Смола ионообменная АВ-17 по ГОСТ 20301—74.

Смола ионообменная КУ-2 по ГОСТ 20301—74.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—84.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, дополнительно очищенная на анионите и 2 М раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, перегнанный, раствор 1 : 10.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор 4 М.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, насыщенный водный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 10 г/дм^3.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор 100 г/дм^3.

Натрий сернисто-кислый, насыщенный раствор, очищенный дитизоном: очистку проводят в делительной воронке порциями дитизона, до тех пор, пока последняя порция дитизона сохранит зеленую окраску, затем реактив промывают 5—10 см^3 четыреххлористого углерода и органический слой отбрасывают.

Кислота нитрилтриуксусная (комплексон I) по ТУ 6—09—08—2009—89.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—89, раствор 10 г/дм^3.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74, перегнанный.

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по ТУ 6—09—07—1684—89, раствор 0,04 г/дм^3 в хлороформе.

Подготовка смол для работы

Подготовка анионита: фракцию ионообменной смолы 0,25—0,50 мм замачивают в растворе соляной кислоты на сутки; затем переносят в колонку, в нижней части которой находится стеклянная вата, промывают раствором соляной кислоты до исчезновения желтой окраски в элюате, пропускают 200 см^3 воды и 100 см^3 раствора соляной кислоты для перевода смолы в хлорид-ионную форму. Скорость пропускания раствора через колонку 1,5—2 см^3/мин.

Подготовка катионита: фракцию ионообменной смолы 0,25—0,50 мм замачивают в растворе хлористого натрия, промывают раствором гидроксида натрия, водой, затем раствором соляной кислоты до исчезновения желтой окраски в,

(Продолжение см. с. 52)

элюате. После этого промывают водой до отрицательной реакции на хлорид-ион с азотно-кислым серебром.

Аммонийно-аммиачный фон: в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,02 г нитрилтриуксусной кислоты, приливают 0,7 см³ раствора гидроксида аммония, растворяют, затем приливают 2,5 см³ 1 М раствора хлористого аммония, 8 см³ раствора сернистого натрия, воду до объема 50 см³, 0,5 см³ раствора желатина и доливают до метки водой.

Цинк по ГОСТ 3640—79.

Приготовление стандартных растворов цинка

Раствор А: 1,0000 г цинка растворяют в соляной кислоте, приливая ее порциями по 5—10 см³ до полного растворения металла. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, приливают 40 см³ соляной кислоты и доливают до метки водой.

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

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки 2 М раствором соляной кислоты.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, очищенная на смоле типа КУ-2.

Для хранения реактивов используют посуду из кварцевого стекла и полиэтилена.

Кварцевую посуду очищают кипячением в ней раствора соляной кислоты, затем многократно промывают водой.

Для очистки полиэтиленовой посуды в нее наливают 20 см³ воды, 10 см³ раствора дитизона и встряхивают в течение 1—2 мин.

Очистку продолжают до появления первоначальной окраски дитизона, затем посуду встряхивают с 10 см³ четыреххлористого углерода и многократно промывают водой».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «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. 2».

(ИУС № 2 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru