МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАДМИЙ

Методы определения олова

ГОСТ 12072.7—79

Cadmium. Methods of tin determination

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.12.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и полярографический методы определения олова (при массовой доле олова от 0,0005 % до 0,005 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 919—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 12072.0.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении олова в виде метаоловянной кислоты на диоксиде марганца в растворе азотной кислоты 1 моль/дм^3 и последующем измерении светопоглощения окрашенного комплекса олова с фенилфлуороном при длине волны 510 нм.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1, и раствор 1 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4, и раствор 2,5 моль/дм^3.

Кислота аскорбиновая, раствор 20 г/дм^3, свежеприготовленный.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 100 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Водорода перекись (пероксид) по ГОСТ 10929.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 6 г/дм^3.

Марганец азотнокислый по ТУ 6—09—4011, раствор 10 г/дм^3.

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

Ацетон по ГОСТ 2603.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Фенилфлуорон (2, 3, 7-триокси-9-фенил-6-флуорон) по ТУ 6—09—05—289, раствор 1 г/дм^3: навеску реактива массой 0,1 г растворяют при нагревании в колбе вместимостью 100 см^3 в 50 см^3 этилового спирта с добавлением 0,5 см^3 соляной кислоты. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки этиловым спиртом и перемешивают. Раствор сохраняют в посуде из темного стекла.

Олово по ГОСТ 860.

Стандартные растворы олова.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Раствор А: навеску тонко растертого олова массой 0,100 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 серной кислоты, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки раствором серной кислоты 2,5 моль/дм^3 и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг олова.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отмеривают пипеткой 10 см^3 раствора А, доливают до метки раствором серной кислоты 2,5 моль/дм^3 и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг олова.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску кадмия массой 2,000 г (при массовой доле олова до 0,002 %) или 0,500 г (при массовой доле олова св. 0,002 %) растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, удаляют оксиды азота кипячением, разбавляют водой до 100 см^3, приливают 3 см^3 раствора азотнокислого марганца, нейтрализуют раствор аммиаком до выделения бурого гидроксида марганца и добавляют 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор нагревают до кипения, приливают 10 см^3 раствора марганцовокислого калия, доливают водой до 150 см^3, кипятят 5 мин и оставляют на 50—60 мин в шкафу в теплом месте.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают его и колбу, в которой проводилось осаждение, 5—6 раз горячим раствором азотной кислоты 1 моль/дм^3. Осадок с развернутого фильтра смывают небольшим количеством воды в колбу, где проводилось осаждение, фильтр обрабатывают 10 см^3 горячей серной кислоты, разбавленной 1:4, с добавлением 6—7 капель пероксида водорода, затем фильтр промывают 2 раза горячей водой. Полученный раствор переливают в стакан вместимостью 100 см^3. Раствор выпаривают до паров серной кислоты, охлаждают, ополаскивают стенки стакана 3—4 см^3 воды и выпаривают досуха. К охлажденному остатку приливают 2,5 см^3 раствора серной кислоты 2,5 моль/дм^3, 2 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, нагревают, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, последовательно при перемешивании прибавляют 2 см^3 раствора лимонной кислоты, 1 см^3 раствора желатина; 3 см^3 ацетона, 1 см^3 раствора фенилфлуорона, доливают до метки водой, перемешивают, оставляют на 1 ч для развития окраски. Оптическую плотность раствора измеряют в соответствующей кювете при длине волны 510 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Содержание олова устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи стаканов вместимостью 100 см^3 отмеривают соответственно пипетками 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см^3 стандартного раствора Б олова, что соответствует 10; 20; 30; 40; 50 и 60 мкг олова, выпаривают досуха и охлаждают. В каждый стакан добавляют по 2,5 см^3 раствора серной кислоты 2,5 моль/дм^3, 2 см^3 аскорбиновой кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям олова строят градуировочный график.

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении олова на диоксиде марганца из раствора азотной кислоты 1 моль/дм^3 и полярографировании олова на кислом натриево-хлоридном фоновом электролите при потенциале пика минус 0,50 В по сравнению с насыщенным каломельным электродом.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Полярограф осциллографический или переменного тока с принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1, и раствор 1 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:5.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 6 г/дм^3.

Гидразин солянокислый по ГОСТ 22159.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, не содержащий свинца.

Фоновый электролит: в полиэтиленовый сосуд вместимостью 2 дм^3 помещают 200 г хлористого натрия, 40 г солянокислого гидразина, 400 см^3 соляной кислоты, приливают воду до объема 2 дм^3 и перемешивают.

Олово по ГОСТ 860.

Стандартный раствор олова А: навеску тонко истертого металлического олова массой 0,100 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 10 см^3 серной кислоты и нагревают до полного растворения навески, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,1 мг олова.

Стандартный раствор олова Б: отмеривают пипеткой 20 см^3 стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,02 мг олова.

Стандартный раствор олова Б применяют свежеприготовленный.

Градуировочные растворы олова (способ сравнения): в четыре из пяти мерных колб вместимостью 100 см^3 отмеривают соответственно микропипеткой 0,4; 0,8; 1,2 и 1,6 см^3 стандартного раствора олова А, доливают каждую из колб до метки фоновым электролитом и перемешивают. Растворы соответственно содержат 0,4; 0,8; 1,2 и 1,6 мг/дм^3 олова.

Градуировочные растворы олова (способ добавки стандартного раствора): к двум навескам кадмия отмеривают микропипеткой стандартный раствор олова Б согласно табл. 1, приливают по 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом, нагревают до растворения навески и удаления оксидов азота. Далее поступают, как указано в п. 3.3.

Таблица 1

Массовая доля в навеске кадмия, %	Масса навески, г	Количество добавленного олова Б		Объем мерной колбы, см^3	Массовая концентрация олова, мг/дм^3
		см^3	мг		
До 0,001	2,500	0,5	0,01	50	0,2
Св. 0,001 » 0,002	2,500	1,0	0,02	50	0,4
» 0,001 » 0,002	2,500	2,0	0,04	50	0,8
» 0,002 » 0,005	1,000	2,5	0,05	50	1,0
» 0,002 » 0,005	1,000	4,0	0,08	50	1,6

Марганец азотнокислый по ТУ 6—09—4011, раствор 10 г/дм^3.

3.3. Проведение анализа

Навеску кадмия массой 2,500 г (при массовой доле олова до 0,002 %) или 1,000 г (при массовой доле олова св. 0,002 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом, нагревают до растворения навески. Часовое стекло ополаскивают 4—5 см^3 воды, приливают 125 см^3 воды и нейтрализуют аммиаком до pH 3—3,5 по универсальной индикаторной бумаге, прибавляют 3 см^3 раствора азотнокислого марганца, нагревают до кипения, приливают по каплям 5 см^3 раствора марганцовокислого калия, кипятят 5 мин и оставляют в теплом месте на 50—60 мин. При этом должен выпадать крупнозернистый осадок диоксида марганца. Осадок отфильтровывают на бумажный фильтр средней плотности. Осадок на фильтре и колбу промывают 5—6 раз горячим раствором азотной кислоты 1 моль/дм^3 и 2 раза горячей водой. Осадок смывают с развернутого фильтра (с помощью промывалки) 30—35 см^3 горячего фонового электролита в колбу, в которой проводилось осаждение, накрывают колбу часовым стеклом, кипятят 1 мин, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают. Часть раствора помещают в электролизер и проводят полярографирование олова при потенциале пика минус 0,50 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. В аналогичных условиях проводят полярографирование градуировочных растворов олова и соответствующих растворов контрольных опытов.

При расчете содержания олова способом сравнения с градуированными растворами из высоты волны анализируемой пробы вычитают высоту волны контрольного опыта.

При расчете содержания олова способом добавки стандартного раствора из высоты волны анализируемой пробы с добавкой вычитают высоты волн анализируемой пробы и контрольного опыта.

3.1—3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю олова (X), %, при фотометрическом методе вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

где m — масса навески, г;

m_1 — количество олова, найденное в растворе анализируемой пробы по градуировочному графику, мкг.

4.2. Массовую долю олова (X), %, при полярографическом методе вычисляют по формуле

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

где H — высота волны олова анализируемого раствора пробы, мм;

V — объем мерной колбы, $см^3$;

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

h — высота волны олова градуировочного раствора, мм;

m — масса навески, г.

4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0003	0,0004
» 0,0030 » 0,0050 »	0,0006	0,0008

4.2, 4.3. **(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 919—78

4. ВЗАМЕН ГОСТ 12072.7—71

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 860—75	2.2, 3.2	ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 2603—79	2.2	ГОСТ 11293—89	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2	ГОСТ 12072.0—79	1.1
ГОСТ 3652—69	2.2	ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2	ГОСТ 20490—75	2.2, 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2	ГОСТ 22159—76	3.2
ГОСТ 4233—77	3.2	ТУ 6—09—4011—75	2.2, 3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2	ТУ 6—09—05—289—78	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 июне 1981 г., августе 1984 г., июле 1990 г. (ИУС 9—81, 12—84, 11—90)

gost.e-ecolog.ru