МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАДМИЙ

Методы определения железа

ГОСТ 12072.2—79

Cadmium.
Methods of iron determination

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.12.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения железа (при массовой доле железа от 0,0002 % до 0,1 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 917—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности по ГОСТ 12072.0.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтого сульфосалицилового комплекса железа в аммиачной среде и фотометрировании его в области длин волн 413—420 нм.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, дополнительно очищенная перегонкой в кварцевом приборе или методом насыщения деионизированной воды. Из очищенной кислоты готовят растворы соляной кислоты 6 и 2 моль/дм^3.

Все растворы соляной кислоты хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

Кислота соляная по ГОСТ 14261.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор 200 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Водорода перекись (пероксид) по ГОСТ 10929.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849 или оксид железа (III) по ТУ 6—09—5346.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: навеску массой 0,500 г железного порошка или 0,7149 г оксида железа (III) растворяют в 20 см^3 соляной кислоты с добавлением 7—8 капель раствора пероксида водорода в конической колбе вместимостью 250 см^3. Избыток пероксида водорода разрушают осторожным кипячением, раствор охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

1 см^3 раствора А содержит 1 мг железа.

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

1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг железа.

Раствор В: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отмеривают 10 см^3 раствора Б, приливают 10 см^3 раствора соляной кислоты 2 моль/дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,01 мг железа.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску кадмия массой 2,500 г (массовая доля железа от 0,0002 % до 0,01 %) или 1,000 г (массовая доля железа св. 0,01 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 раствора соляной кислоты 6 моль/дм^3, 1 см^3 азотной кислоты и нагревают до полного растворения навески и удаления оксидов азота.

При массовой доле железа св. 0,003 % раствор анализируемой пробы охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой, перемешивают и в соответствии с табл. 1 отбирают аликвотную часть раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3. При массовой доле железа от 0,0002 % до 0,003 % раствор анализируемой пробы охлаждают, переводят его в мерную колбу вместимостью 50 см^3 малым количеством воды.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Масса навески кадмия, г	Объем мерной колбы для разбавления раствора навески, см^3	Аликвотная часть раствора для определения железа, см^3
От 0,0002 до 0,003	2,500	—	Весь раствор
Св. 0,003 » 0,01	2,500	100	20
» 0,01 » 0,05	1,000	100	10
» 0,05 » 0,1	1,000	100	5

В мерные колбы с взятой аликвотной частью или ко всему раствору анализируемой пробы приливают 10 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты, аммиак до желтой окраски раствора, дают избыток последнего 5 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм в области длин волн 413—420 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Содержание железа устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3.2. Для построения градуировочного графика в девять из десяти мерных колб вместимостью 50 см^3 отмеривают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 см^3 раствора В (что соответствует 5; 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70 и 80 мкг железа). Приливают в каждую колбу по 10 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и затем поступают, как указано в п. 2.3.1.

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

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения аналитической линии железа при длине волны 248,3 нм с введением растворов анализируемых проб и градуировочных растворов в воздушно-ацетиленовое пламя. Навеску кадмия предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любой марки с источником излучения для железа.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$—$6 \cdot 10^5$ Па (2—6 атм).

Ацетилен в баллоне.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, и раствор 2 моль/дм^3.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849 или оксид железа (III) по ТУ 6—09—5346.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: навеску массой 0,100 г железного порошка или 0,143 г оксида железа (III) помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, приливают 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до полного растворения, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б: 25 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Кадмий по ГОСТ 1467 или ГОСТ 22860, содержащий железа не более $4 \cdot 10^{-4}$ %, раствор 100 г/$дм^3$; 100 г кадмия в виде кусочков или стружки растворяют в 200—250 $см^3$ азотной кислоты. Кислоту приливают медленно, небольшими порциями (примерно по 10 $см^3$). Если при добавлении очередной порции кислоты реакция идет замедленно, сливают образовавшийся раствор азотнокислого кадмия в другую колбу и продолжают разложение. Затем объединяют весь раствор, кипятят до удаления оксидов азота, разбавляют водой, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску кадмия массой 1,000—5,000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают 15—25 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до полного растворения металла и удаления оксидов азота. Приливают 20—25 $см^3$ воды, перемешивают, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор пробы и градуировочные растворы вводят в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют поглощение аналитической линии железа 248,3 нм по ГОСТ 12072.0.

При необходимости в растворе анализируемой пробы могут быть определены также содержания таллия, свинца, цинка, меди и никеля.

3.3.2. Для построения градуировочных графиков готовят две серии градуировочных растворов.

I серия: в девять из десяти мерных колб вместимостью 100 $см^3$ отмеривают 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 $см^3$ стандартного раствора Б и 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 $см^3$ стандартного раствора А (что соответствует 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 мг/$дм^3$ железа), в каждую из колб приливают 10 $см^3$ раствора азотной кислоты 2 моль/$дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают. Основой этих градуировочных растворов служит вода.

II серия: в четыре из пяти мерных колб вместимостью 100 $см^3$ отмеривают 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 $см^3$ стандартного раствора Б (что соответствует 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мг/$дм^3$ железа), в каждую из колб приливают 10 $см^3$ раствора азотной кислоты 2 моль/$дм^3$, 50 $см^3$ раствора кадмия 100 г/$дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают. Основой этих градуировочных растворов служит раствор кадмия. По градуировочным растворам I серии измеряют растворы анализируемых проб из навески массой 1,0—2,5; II серия градуировочных растворов служит для анализа растворов анализируемых проб из навески массой 5 г.

При определении из одного раствора таллия, свинца, цинка, меди и никеля в каждую из указанных выше колб одной из серий градуировочных растворов добавляют такие количества стандартных растворов элементов, которые соответствовали бы концентрациям их в градуировочных растворах.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

3а. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД (при массовой доле железа от 0,0002 % до 0,006 %)

3а.1. Сущность метода

Метод основан на соосаждении гидроксида железа с гидроксидом лантана, растворении гидроксидов соляной кислотой и измерении поглощения аналитической линии железа 248,3 нм при введении растворов в воздушно-ацетиленовое пламя.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3а.2. Аппаратура, реактивы и материалы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любой марки.

Воздух, сжатый под давлением (5—6 атм) на $2 \cdot 10^5$—$6 \cdot 10^5$ Па (2—6 атм).

Ацетилен в баллонах.

Кислота соляная по ГОСТ 14261 и раствор 1:1.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849 или оксид железа (III) по ТУ 6—09—5346.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор 1:19.

Перекись (пероксид) водорода по ГОСТ 10929.

Кислота азотная по ГОСТ 11125 и раствор 1:20.

Лантан азотнокислый $La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, по ТУ 6—09—4676, раствор 1 г/дм^3 лантана: 0,3115 г соли растворяют в 20 см^3 воды с добавлением нескольких капель азотной кислоты.

Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Стандартные растворы железа готовят по п. 3.1.2.

3а.3. Проведение анализа

Навеску массой 5,000 г помещают в термостойкий стакан вместимостью 250—300 см^3, приливают 15 см^3 азотной кислоты и разлагают под часовым стеклом при нагревании. Полученный раствор упаривают до сиропообразного состояния (на поверхности появляются пузырьки), снимают с плиты, добавляют 70 см^3 воды и 5 см^3 раствора лантана, перемешивают, вращая стакан. Затем нагревают до температуры 70 °С и приливают постепенно 20—25 см^3 аммиака до полного исчезновения обильного хлопьевидного осадка гидроксида кадмия.

Раствор оставляют стоять в течение 30 мин на бортике плиты. За это время на дне стакана появится небольшой белый, а при достаточном содержании железа красноватый осадок. Осадок отфильтровывают, промывают 2—3 раза горячим раствором аммиака (1:19) и смывают с фильтра водой в стакан, в котором велось осаждение. Фильтр промывают 25—30 см^3 горячего раствора соляной кислоты (1:1) с добавлением 3—5 капель пероксида водорода и затем горячей водой. Кипятят полученный раствор для удаления избытка пероксида водорода и получения объема около 1 см^3. Доливают 1,5 см^3 соляной кислоты и переводят на объем 20 см^3 при помощи мерного цилиндра.

Измеряют величину поглощения линии железа 248,3 нм по ГОСТ 12072.0.

Если чувствительность прибора не позволяет измерить железо при переводе навески массой 5,000 г на объем 20 см^3, то можно использовать навеску массой 10,00 г при переводе на объем 10 см^3. При этом количество азотной кислоты для разложения пробы и количество аммиака удваивается, а количество соляной кислоты, расходуемое при переводе на объем, уменьшается вдвое или заменяется таким же количеством раствора соляной кислоты (1:1).

Для построения градуировочного графика в восемь из девяти мерных колб вместимостью по 100 см^3 отмеривают 5,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора Б и 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см^3 стандартного раствора А, в каждую колбу добавляют по 15 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученные концентрации железа в градуировочных образцах соответствуют: 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 мг/дм^3.

3а.2, 3а.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю железа (X), %, при фотометрическом определении вычисляют по формуле

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

где m — масса навески, соответствующая отобранной аликвотной части раствора, г;

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

4.2. Массовую долю железа (X), %, при атомно-абсорбционном определении вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m \cdot 10000},$$

где C_1 — массовая концентрация железа в анализируемом растворе, мг/дм^3;

C_2 — массовая концентрация железа в растворе контрольного опыта, мг/дм^3;

V — объем мерной колбы, см^3;

m — масса навески, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

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

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,0002 до 0,0003 включ.	0,0001	0,0001
Св. 0,0003 » 0,0010 »	0,0002	0,0003
» 0,0010 » 0,0030 »	0,0003	0,0004
» 0,0030 » 0,0100 »	0,0010	0,0013
» 0,010 » 0,040 »	0,002	0,003
» 0,040 » 0,100 »	0,005	0,006

(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 917—78

4. ВЗАМЕН ГОСТ 12072.2—71

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1467—93	3.2	ГОСТ 11125—84	3.2, 3а.2
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 12072.0—79	1.1, 3.3.1, 3а.3
ГОСТ 3760—79	2.2, 3а.2	ГОСТ 14261—77	2.2, 3а.2
ГОСТ 4461—77	2.2	ГОСТ 22860—93	3.2
ГОСТ 4478—78	2.2	ТУ 6—09—4676—78	3а.2
ГОСТ 9849—86	2.2, 3.2, 3а.2	ТУ 6—09—5346—87	2.2, 3.2, 3а.2
ГОСТ 10929—76	2.2, 3а.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 феврале 1981 г., августе 1984 г., июле 1990 г. (ИУС 5—81, 12—84, 11—90)

gost.e-ecolog.ru