МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАДМИЙ

Методы определения свинца

ГОСТ 12072.10—79

Cadmium.
Methods of lead determination

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.12.80

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения свинца в кадмии (при массовой доле свинца от 0,001 % до 0,2 %) и атомно-абсорбционный метод (при массовой доле свинца от 0,005 % до 0,2 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 916—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 12072.0.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на отделении свинца на гидроксиде железа, удалении олова в виде четырехбромистого и полярографировании свинца на фоне, содержащем соляную кислоту и хлористый натрий при потенциале полуволны минус 0,46 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

Свинец может быть определен также из раствора анализируемой пробы кадмия после экстракционного отделения таллия по ГОСТ 12072.1.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Полярограф осциллографический или полярограф переменного тока с принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1.

Кислота аскорбиновая.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062, разбавленная 1 : 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 5 : 95.

Водорода перекись (пероксид) по ГОСТ 10929.

Гидразин солянокислый по ГОСТ 22159.

Железо треххлористое 6-ти водное по ГОСТ 4147, раствор 20 г/дм^3.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233 и раствор 200 г/дм^3.

Натриево-хлоридный фоновый электролит: в склянку вместимостью 1 дм^3 помещают 200 г хлористого натрия, 10 г солянокислого гидразина, 5 см^3 соляной кислоты, приливают около 500 см^3 воды, перемешивают, доливают до объема 1 дм^3 водой и снова перемешивают до полного растворения солей.

Свинец по ГОСТ 22861.

Стандартные растворы свинца.

Раствор А: навеску мелко нарезанного свинца массой 0,250 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 2, нагревают до растворения металла и выпаривают досуха. К остатку приливают 10 см^3 соляной кислоты и снова

Издание официальное
Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

выпаривают досуха. Выпаривание с 10 см^3 соляной кислоты повторяют. К остатку приливают 10 см^3 соляной кислоты, 100 см^3 раствора хлористого натрия, перемешивают, нагревают до растворения остатка, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки раствором хлористого натрия и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,5 мг свинца.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 250 см^3 отмеривают 50 см^3 раствора А, доливают до метки раствором хлористого натрия и перемешивают.

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

Градуировочные растворы свинца (способ сравнивания; готовят только необходимые): в девять из десяти мерных колб вместимостью 200 см^3 отмеривают соответственно 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 см^3 стандартного раствора Б и 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 8,0 см^3 стандартного раствора А, доливают все колбы до метки натриево-хлоридным фоновым электролитом и перемешивают. Растворы содержат соответственно 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 и 20,0 мг/дм^3 свинца.

Градуировочные растворы свинца (способ добавки стандартного раствора): к двум навескам кадмия отмеривают согласно табл. 1 микропипетками стандартный раствор Б и далее поступают, как указано в п. 2.3.

Таблица 1

Марка кадмия	Масса навески, г	Количество добавленного стандартного раствора Б		Объем мерной колбы, см^3	Массовая концентрация свинца, мг/дм3
		см^3	мг		
Кд0А	1,000	0,5	0,05	50	1,0
Кд0А	1,000	1,0	0,10	50	2,0
Кд0	1,000	2,0	0,20	50	4,0
Кд0	1,000	3,0	0,30	50	6,0
Кд1	1,000	3,0	0,30	50	6,0
Кд1	1,000	5,0	0,50	50	10,0
Кд1С	1,000	5,0	0,50	100	5,0
Кд2С	1,000	10,0	1,0	100	10,0

2.3. Проведение анализа

Навеску кадмия массой 1,000 г помещают в коническую колбу вместимостью 100—250 см^3, приливают 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают до полного растворения пробы, разбавляют до объема 50 см^3 водой, приливают 5 см^3 раствора хлорного железа, нагревают до кипения, приливают аммиак до растворения гидроксида кадмия, еще дают избыток 10 см^3 и оставляют на теплой плите на 15—20 мин. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 3 раза горячим аммиаком, разбавленным 5 : 95. Осадок смывают водой в колбу, в которой проводилось осаждение, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают, нейтрализуют аммиаком и дают избыток последнего 10 см^3. Осадок с раствором выдерживают 15—20 мин, отфильтровывают на тот же фильтр, промывают 5—6 раз горячим раствором аммиака, разбавленным 5 : 95, и 1 раз горячей водой.

Осадок гидроксида железа со свинцом смывают с развернутого фильтра в колбу, в которой проводилось осаждение 20 см^3 бромистоводородной кислоты, разбавленной 1 : 1, после чего фильтр 2 раза промывают горячей водой. Раствор выпаривают досуха. К остатку приливают 5 см^3 соляной кислоты, 5 капель пероксида водорода и снова выпаривают досуха.

К остатку приливают 15—20 см^3 натриево-хлоридного фона, кипятят 1 мин, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу 50 см^3 (массовая доля свинца от 0,002 % до 0,1 %) или 100 см^3 (массовая доля свинца св. 0,1 %), прибавляют 20 мг аскорбиновой кислоты, разбавляют до метки фоном и перемешивают.

Раствор заливают в электролизер и проводят полярографирование свинца при потенциале минус 0,46 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. В аналогичных условиях проводят полярографирование свинца в градуировочных растворах и в соответствующих контрольных опытах.

При расчете содержания свинца способом сравнения с градуировочными растворами из значения высоты волны анализируемой пробы вычитают высоту волны контрольного опыта.

2.1—2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения аналитической линии свинца при длине волны 283,3 или 217,0 нм с введением растворов анализируемых проб и градуировочных растворов в воздушно-ацетиленовое пламя. Навески кадмия предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

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

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 : 2; 1 : 1 и раствор 2 моль/дм^3.

Свинец по ГОСТ 22861.

Стандартные растворы свинца.

Раствор А: навеску свинца массой 0,500 г помещают в стакан вместимостью 500 см^3, приливают 25 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 2, нагревают до растворения металла и удаления оксидов азота, приливают 100 см^3 воды, перемешивают, нагревают до полного растворения соли свинца, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг свинца.

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 0,1 мг свинца.

Кадмий по ГОСТ 1467 или ГОСТ 22860, содержащий свинца не более $5 \cdot 10^{-4}$ %, 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.

3.3. Проведение анализа

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 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. Растворы пробы и градуировочные растворы вводят в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют поглощение одной из аналитических линий свинца 283,3 или 217,0 нм по ГОСТ 12072.0.

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

3.4. Для построения градуировочного графика готовят две серии градуировочных растворов.

I серия: в десять из одиннадцати колб вместимостью 100 см^3 отмеривают 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0; 18,0; 20,0 см^3 стандартного раствора Б (что соответствует 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0; 18,0 и 20,0 мг/дм^3 свинца), в каждую из колб приливают 10 см^3 раствора азотной кислоты 2 моль/дм^3, доливают до метки водой и перемешивают. Основой этих растворов служит вода.

II серия: в четыре из пяти мерных колб вместимостью 100 см^3 отмеривают 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см^3 стандартного раствора Б (что соответствует 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 мг/дм^3 свинца), 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 из навески массой 1,0—2,5 г, II серия градуировочных растворов служит для анализа растворов из навески массой 5 г. При определении из одного раствора железа, цинка, таллия, меди и никеля в каждую из указанных выше колб одной из серий градуировочных растворов добавляют такие количества стандартных растворов элементов, которые бы соответствовали концентрациям их в градуировочных растворах.

3.2—3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю свинца (X), %, при полярографическом определении вычисляют по формуле

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

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

V — объем мерной колбы, см^3;

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

h — высота волны свинца градуировочного раствора, мм;

m — масса навески, г.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

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

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

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

C_2 — массовая концентрация свинца 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 свинца, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,0010 до 0,0040 включ.	0,0005	0,0006
Св. 0,0040 » 0,0100 »	0,0015	0,0020
» 0,010 » 0,030 »	0,003	0,004
» 0,030 » 0,100 »	0,005	0,006
» 0,10 » 0,20 »	0,01	0,02

(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 916—78**

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1467—93	3.2	ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 2062—77	2.2	ГОСТ 11125—84	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 12072.0—79	1.1, 3.3
ГОСТ 3760—79	2.2	ГОСТ 12072.1—79	2.1
ГОСТ 4147—74	2.2	ГОСТ 22159—76	2.2
ГОСТ 4233—77	2.2	ГОСТ 22860—93	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2	ГОСТ 22861—93	2.2, 3.2

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