

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/дм³.

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/дм³.

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 см³ соляной кислоты с добавлением 7—8 капель раствора пероксида водорода в конической колбе вместимостью 250 см³. Избыток пероксида водорода разрушают осторожным кипячением, раствор охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг железа.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отмеривают пипеткой 10 см³ раствора А, приливают 10 см³ раствора соляной кислоты 2 моль/дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг железа.

Раствор В: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отмеривают 10 см³ раствора Б, приливают 10 см³ раствора соляной кислоты 2 моль/дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ 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 см³, приливают 20 см³ раствора соляной кислоты 6 моль/дм³, 1 см³ 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 см³, доливают до метки водой, перемешивают и в соответствии с табл. 1 отбирают аликвотную часть раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³. При массовой доле железа от 0,0002 % до 0,003 % раствор анализируемой пробы охлаждают, переводят его в мерную колбу вместимостью 50 см³ 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 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, аммиак до желтой окраски раствора, дают избыток последнего 5 см³, 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 см³ отмеривают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 см³ раствора В (что соответствует 5; 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70 и 80 мкг железа). Приливают в каждую колбу по 10 см³ 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/дм³.

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 см³, приливают 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до полного растворения, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ 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/дм³; 100 г кадмия в виде кусочков или стружки растворяют в 200—250 см³ азотной кислоты. Кислоту приливают медленно, небольшими порциями (примерно по 10 см³). 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 см³ 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 см³, приливают 15—25 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до полного растворения металла и удаления оксидов азота. Приливают 20—25 см³ воды, перемешивают, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, 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 см³ отмеривают 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б и 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ 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/дм³ железа), в каждую из колб приливают 10 см³ раствора азотной кислоты 2 моль/дм³, доливают до метки водой и перемешивают. Основой этих градуировочных растворов служит вода.

II серия: в четыре из пяти мерных колб вместимостью 100 см³ отмеривают 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б (что соответствует 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мг/дм³ железа), в каждую из колб приливают 10 см³ раствора азотной кислоты 2 моль/дм³, 50 см³ раствора кадмия 100 г/дм³, 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).**

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

За.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).