

## ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

Методы определения цинка, свинца и висмута

ГОСТ  
13020.11-85Metallic chrome.  
Methods for determination of zinc, lead and bismuth [СТ СЭВ 4512-84]

Взамен

ГОСТ 13020.11-75

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1414 срок действия установлен

с 01.07.86

до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения в металлическом хrome цинка, свинца и висмута (при массовой доле цинка — от 0,001 до 0,012 %, свинца — от 0,0002 до 0,0012 %, висмута — от 0,0002 до 0,0006 %) и атомно-абсорбционный метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,0002 до 0,0012 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4512-84.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

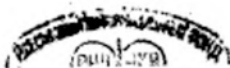
1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13020.0-75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде стружки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916-79.

## 2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

## 2.1. Сущность метода

Метод основан на способности свинца, цинка и висмута восстанавливаться на ртутном каплющем электроде при потенциале пика для свинца — минус 0,51 В, для цинка — минус 1,17 В относительно анодной ртути на фоне раствора фосфорной кислоты молярной концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup>, для висмута — минус 0,09 В относи-



тельно анодной ртути на фоне раствора соляной кислоты молярной концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Свинец, цинк и висмут отделяют от основы, сорбируя их хлор-комплексы на слабоосновном анионите из раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм<sup>3</sup>.

Десорбируют цинк — раствором соляной кислоты молярной концентрацией 0,65 моль/дм<sup>3</sup>; свинец — раствором соляной кислоты молярной концентрацией 0,02 моль/дм<sup>3</sup>; висмут — раствором азотной кислоты молярной концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup>.

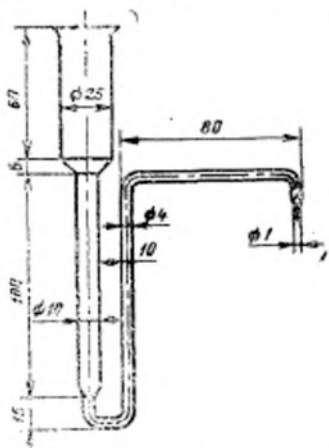
## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменноточковый или осциллографический любого типа.

Ионнообменная колонка (см. чертеж), наполненная слабоосновным анионитом типа АН-31 в хлороформе с размером зерна 0,2—0,3 мм.

Анионит готовят следующим образом. 10 г анионита типа АН-31 замачивают водой. Через сутки воду сливают, анионит помещают на фильтровальную бумагу и сушат на воздухе. Высушенный анионит просеивают через сита со сторонами ячеек в свету 0,4 и 0,2 мм. Фракцию, прошедшую через сито со стороной ячейки в свету 0,2 мм и оставшуюся на сите со стороной ячейки в свету 0,4 мм, отбрасывают. Фракцию, оставшуюся на сите со стороной ячейки в свету 0,2 мм, замачивают на 12 ч в насыщенном растворе хлористого натрия так, чтобы уровень раствора над слоем анионита был от 8 до 10 см. Далее анионит замачивают последовательно в соляной кислоте (1:1) для удаления ионов железа (контроль роданидом аммония), затем в воде. После декантации воды анионит обрабатывают раствором гидроксида натрия до отрицательной реакции на хлор-ион (контроль азотнокислым серебром). Затем промывают анионит водой до нейтральной реакции и переносят в колонку, в нижней части которой предварительно помещают тампон из стеклянной ваты. Слой анионита в колонке должен быть ровным, без пузырьков воздуха.

После заполнения колонки через нее со скоростью 1 см<sup>3</sup>/мин пропускают 200 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты  $c(\text{HCl}) = 2$  моль/дм<sup>3</sup>,



100 см<sup>3</sup> воды и вновь 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты той же концентрации. После этого колонка готова к применению.

Скорость вытекания растворов при сорбции и десорбции регулируется столбом жидкости над слоем аннионита.

Баллон с аргоном, водородом или азотом, не содержащими кислорода.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77 или по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1, 2:1 и растворы молярной концентрацией 0,02; 0,65; 1; 2 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—78 или по ГОСТ 4461—77 и раствор молярной концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 14262—78 или по ГОСТ 4204—77 и раствор молярной концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота хлорная 42 или 57 %-ный раствор.

Водорода перекись по ГОСТ 177—77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, не содержащая свинец и цинк, раствор молярной концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Анионит типа АН-31 в хлороформе с размером зерна 0,2—0,3 мм.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, насыщенный раствор.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, 5 %-ный раствор. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Свинец металлический.

Стандартные растворы свинца:

раствор А: 0,1000 г свинца растворяют в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация свинца в растворе А равна 0,0001 г/см<sup>3</sup>; раствор Б: 20 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация свинца в растворе Б равна 0,00001 г/см<sup>3</sup>;

раствор В: 50 см<sup>3</sup> раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация свинца в растворе В равна 0,000002 г/см<sup>3</sup>.

Висмут металлический.

Стандартные растворы висмута:

раствор А: 0,1000 г висмута растворяют в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация висмута в растворе А равна 0,0001 г/см<sup>3</sup>;

раствор Б: 20 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация висмута в растворе Б равна  $0,00001 \text{ г/см}^3$ ;

раствор В:  $50 \text{ см}^3$  раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью  $200 \text{ см}^3$ , доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация висмута в растворе В равна  $0,000002 \text{ г/см}^3$ .

Цинк металлический.

Стандартные растворы цинка:

раствор А:  $0,2000 \text{ г}$  цинка растворяют в  $15 \text{ см}^3$  соляной кислоты (1:1). Раствор помещают в мерную колбу вместимостью  $1 \text{ дм}^3$ , доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация цинка в растворе А равна  $0,0002 \text{ г/см}^3$ ;

раствор Б:  $20 \text{ см}^3$  раствора А помещают в мерную колбу вместимостью  $200 \text{ см}^3$ , доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация цинка в растворе Б равна  $0,00002 \text{ г/см}^3$ .

Стандартные растворы Б и В свинца и висмута, а также стандартный раствор Б цинка готовят перед применением.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой  $2,0 \text{ г}$  помещают в стакан вместимостью  $250 \text{ см}^3$ , растворяют в  $30 \text{ см}^3$  соляной кислоты (2:1), окисляют раствором перекиси водорода и выпаривают раствор до получения влажных солей. Соли растворяют в  $20 \text{ см}^3$  раствора соляной кислоты  $c(\text{HCl})=2 \text{ моль/дм}^3$ . Раствор охлаждают и заливают через воронку с быстросфильтрующим фильтром в колонку с анионитом, предварительно промытую соляной кислотой той же концентрации. Раствор пропускают через слой сорбента со скоростью  $0,5 \text{ см}^3/\text{мин}$ . Вытекающий из колонки раствор отбрасывают. Затем колонку промывают  $200 \text{ см}^3$  раствора соляной кислоты  $c(\text{HCl})=2 \text{ моль/дм}^3$  со скоростью  $1 \text{ см}^3/\text{мин}$ . Когда последняя порция кислоты достигнет верхнего уровня анионита, последовательно, со скоростью  $1 \text{ см}^3/\text{мин}$  десорбируют цинк, свинец, висмут, как указано в табл. 1

Таблица 1

Десорбируемый элемент	Условия десорбции		
	Применяемая кислота	Молярная концентрация раствора, моль/дм <sup>3</sup>	Объем, см <sup>3</sup>
Цинк	Соляная	0,65	175—200
Свинец	Соляная	0,02	200
Висмут	Азотная	1	300

Элюаты, содержащие цинк и свинец, выпаривают до сиропообразного состояния, приливают  $1 \text{ см}^3$  азотной кислоты,  $2—3 \text{ см}^3$  хлорной кислоты и нагревают до выделения ее паров. Охлаждают,