

## М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР

## КАДМИЙ

## Методы определения сурьмы

Cadmium. Methods of antimony determination

ГОСТ  
12072.6—79

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.12.80

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

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 921—78.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности по ГОСТ 12072.0.  
(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С КРИСТАЛЛИЧЕСКИМ ФИОЛЕТОВЫМ

## 2.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении сурьмы с гидроксидом циркония в аммиачной среде и фотометрическом ее определении с кристаллическим фиолетовым после экстракции трихлорэтиленом при длине волны 595 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## 2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 9 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 3, и раствор 2,5 моль/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1 : 49.

Цирконий хлористый 8-водный по ТУ 6—09—3677, раствор 3 г/дм<sup>3</sup>: навеску 0,3 г хлорокиси циркония растворяют в 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 9 моль/дм<sup>3</sup>, доливают до объема 100 см<sup>3</sup> водой и перемешивают.

Водорода перекись (пероксид) по ГОСТ 10929.

Церий сернокислый окисный по ТУ 6—09—1646, раствор 4 г/дм<sup>3</sup>: навеску соли массой 0,4 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> воды, 1,5 см<sup>3</sup> серной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Кристаллический фиолетовый по ТУ 6—09—4119, раствор 2 г/дм<sup>3</sup>.

Трихлорэтилен.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Стандартные растворы сурьмы.



Раствор А: навеску тонко измельченной сурьмы массой 0,100 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> серной кислоты, нагревают до полного растворения навески, охлаждают, осторожно приливают 60 см<sup>3</sup> воды, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1 : 3, и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг сурьмы.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отмеривают пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора А, приливают 75 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг сурьмы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску кадмия массой 1,000 г (при массовой доле сурьмы более 0,0025 %) или 0,500 г (при массовой доле сурьмы более 0,0025 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1 : 2, нагревают до растворения навески и удаления оксидов азота, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора хлористого циркония. Раствор разбавляют до объема 80—90 см<sup>3</sup> водой, нагревают до 65—70 °С, нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроксида кадмия, дают избыток аммиака 5 см<sup>3</sup> и оставляют на 30 мин на теплом месте. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают колбу и осадок на фильтре 5—6 раз горячим раствором аммиака, разбавленного 1 : 49. Осадок с развернутого фильтра смывают водой в колбу, в которой проводилось осаждение, фильтр обрабатывают 10 см<sup>3</sup> горячего раствора серной кислоты 2,5 моль/дм<sup>3</sup> с добавлением 5—6 капель пероксида водорода, после чего выпаривают до выделения паров серной кислоты.

Охлаждают, приливают 7,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и перемешивают. Через 5 мин раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>, промывают колбу 2,5 см<sup>3</sup> воды и промывную жидкость присоединяют к раствору в делительной воронке. Добавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора сернокислого церия, перемешивают и выдерживают 1 мин. Добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора солянокислого гидроксилаамина, перемешивают, выдерживают 1 мин, приливают 19 см<sup>3</sup> воды, перемешивают, приливают из бюrette 25 см<sup>3</sup> трихлорэтилена, 1 см<sup>3</sup> раствора кристаллического фиолетового и встряхивают воронку в течение 2 мин. После разделения фаз органический слой переводят в сухую колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют в соответствующей кювете при длине волнны 595 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Содержание сурьмы устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести делительных воронок вместимостью 100 см<sup>3</sup> отмеривают соответственно микробюretteкой 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б сурьмы (что соответствует 5; 10; 15; 20 и 25 мкг сурьмы), приливают в каждую из воронок до объема 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 9 моль/дм<sup>3</sup>, добавляют по 0,5 см<sup>3</sup> раствора сернокислого церия и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

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

## 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С РОДАМИНОМ Б

### 3.1. Сущность метода

Метод основан на экстракции ионов сурьмы (V) динизопропиловым эфиром из раствора соляной кислоты, отмывании мешающих ионов таллия (III) раствором сернистокислого натрия, образовании окрашенного комплекса родамина Б с гексахлорантимонатом (V) и измерении его светопоглощения при длине волны 550 нм.

### 3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы, разбавленные 1 : 3 и 2,5 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Натрий сернистокислый по ТУ 6—09—5313, раствор 0,5 г/дм<sup>3</sup>.

Эфир динизопропиловый по ТУ 6—09—3704.

Родамин Б, раствор 1 г/дм<sup>3</sup>: 0,500 г 3,6-бис-диэтиламинофлуорона (родамина Б) помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, растворяют в растворе соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup>, доводят до метки этим же раствором и перемешивают.

Церий (IV) сернокислый по ТУ 6—09—1646, раствор 0,5 моль/дм<sup>3</sup>: к 8,3 г сернокислого церия (IV) приливают 8 см<sup>3</sup> серной кислоты и нагревают до выделения паров серной кислоты. Охлаждают, осторожно разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup> и снова охлаждают. Сернокислый раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А: навеску тонко измельченной сурьмы массой 0,100 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> серной кислоты, нагревают до полного растворения навески, охлаждают, осторожно приливают 60 см<sup>3</sup> воды, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1 : 3, и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг сурьмы.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки раствором серной кислоты 2,5 моль/дм<sup>3</sup> и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг сурьмы.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску кадмия массой 2,000 г растворяют в 20 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты в конической колбе вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Раствор упаривают досуха. Охлаждают. Приливают 5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и упаривают до появления ее паров. Остаток растворяют в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доводят до метки соляной кислотой и перемешивают.

Отбирают аликовитую часть раствора 20 см<sup>3</sup> (при массовой доле сурьмы от 0,0005 % до 0,001 %), 10 см<sup>3</sup> (при массовой доле сурьмы от 0,001 % до 0,003 %) или 5 см<sup>3</sup> (при массовой доле сурьмы св. 0,003 %) в делительную воронку вместимостью 150 см<sup>3</sup>, и при необходимости добавляют до 20 см<sup>3</sup> соляную кислоту.

Приливают 2 см<sup>3</sup> раствора сернокислого церия (IV), 10 см<sup>3</sup> диизопропилового эфира и встряхивают 30 с. После экстракции приливают 20 см<sup>3</sup> воды и снова встряхивают. После отстаивания водную фазу сливают и отбрасывают. Органическую фазу промывают смесью, состоящей из 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup> и 2 см<sup>3</sup> раствора сернистокислого натрия. Полученную водную фазу сливают и отбрасывают. Органический слой еще раз промывают 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup> и 1 см<sup>3</sup> раствора сульфата церия (IV). Промывной раствор отбрасывают. К органической фазе приливают 2 см<sup>3</sup> раствора родамина Б и проводят экстракцию в течение 15 с. Водный слой отбрасывают. Органический слой переводят в сухую колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> и в соответствующей кювете измеряют оптическую плотность окрашенного комплекса при длине волны 550 нм. Раствором сравнения служит раствор контролального опыта.

Содержание сурьмы устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи конических колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> отмеривают микробюреткой 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 3,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б сурьмы (что соответствует 10, 15, 20, 25, 30 и 35 мкг сурьмы). Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты и охлаждают. Во все семь колб приливают по 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и переносят растворы в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Объем доводят до метки соляной кислотой и перемешивают. Отбирают по 20 см<sup>3</sup> из каждого раствора и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

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

## 4. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

### 4.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении сурьмы на диоксиде марганца из раствора азотной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup> и ее полярографировании на кислом натриевохлоридном фоновом электролите при потенциале пика минус 0,18 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

### 4.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Полярограф осциллографический или переменного тока с принадлежностями.