

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

КАДМИЙ

Методы определения цинка

ГОСТ
12072.3—79Cadmium.
Methods of zinc determination

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.12.80

Настоящий стандарт устанавливает полярографический и атомно-абсорбционный методы определения цинка (при массовой доле цинка от 0,0005 % до 0,3 %).
Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 915—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 экстрагировании цинка эфиром в виде роданистого комплекса и полярографирования цинка на аммонийно-аммиачном фоне при потенциале полувольты минус 1,45 В, на фоне раствора ортофосфорной кислоты при потенциале полувольты минус 1,3 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Полярограф осциллографический или полярограф переменного тока со всеми принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:9.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, раствор 0,03 моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:9 и раствор 0,5 моль/дм³.

Водорода перекись (пероксид) по ГОСТ 10929.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор 600 г/дм³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий сернистокислый по ТУ 6—09—5313.

Аммиачный фоновый электролит: в склянку вместимостью 1 дм³ помещают 50 г хлористого аммония, 20 г сернистокислого натрия, приливают 500 см³ воды, перемешивают, приливают 50 см³ аммиака, 10 см³ раствора желатина, доливают до объема 1 дм³ водой и перемешивают.

Срок годности фонового электролита — 7 дней.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 5 г/дм³, свежеприготовленный.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336, насыщенный раствор.

Промывной раствор: к 100 см³ раствора серной кислоты 0,5 моль/дм³ прибавляют 25 см³ раствора роданистого аммония и перемешивают.

Эфир этиловый (медицинский) или эфир изопропиловый по ТУ 6—09—3704.

Азот газообразный по ГОСТ 9293. Азот очищают от кислорода следующим образом: струю азота пропускают через три склянки, содержащие на дне амальгаму цинка и наполненные насыщенным

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

С. 2 ГОСТ 12072.3—79

раствором ванадиевокислого аммония в растворе серной кислоты, разбавленной 1:9, и предварительно восстановленного амальгамой цинка (фиолетовая окраска).

Цинка амальгама: 200 г цинка обрабатывают в толстостенном сосуде в смеси, содержащей 10 см³ ртути и 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:9.

Цинк по ГОСТ 3640.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Стандартные растворы цинка.

Раствор А: навеску цинка массой 0,250 г растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см³ в 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,5 мг цинка.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 500 см³ отмеривают пипеткой 20 см³ раствора А, приливают 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,02 мг цинка.

Градуировочные растворы цинка (способ добавки стандартного раствора): к двум навескам кадмия отмеривают микропипеткой стандартный раствор цинка Б согласно табл. 1, приливают по 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения анализируемой пробы и выпаривают досуха. Далее поступают, как указано в п. 2.3.

Таблица 1

| Марка кадмия | Масса навески, г | Стандартный раствор | Количество добавленного стандартного раствора | | Объем мерной колбы, см ³ | Массовая концентрация цинка, мг/дм ³ |
|--------------|------------------|---------------------|---|-------|-------------------------------------|---|
| | | | см ³ | мг | | |
| Кд0А | 1,000 | Б | 0,25 | 0,005 | 25 | 0,2 |
| Кд0А | 1,000 | Б | 0,5 | 0,01 | 25 | 0,4 |
| Кд0 | 1,000 | Б | 1,0 | 0,02 | 25 | 0,8 |
| Кд0 | 1,000 | Б | 2,0 | 0,04 | 25 | 1,6 |
| Кд1 | 1,000 | Б | 2,5 | 0,05 | 25 | 2,0 |
| Кд1 | 1,000 | Б | 3,5 | 0,07 | 25 | 2,8 |
| Кд0С | 1,000 | Б | 4,0 | 0,08 | 25 | 3,2 |
| Кд1С | 1,000 | Б | 5,0 | 0,1 | 25 | 4,0 |
| Кд2С | 0,200 | А | 0,4 | 0,2 | 50 | 4,0 |
| Кд2С | 0,200 | А | 0,8 | 0,4 | 50 | 8,0 |
| Кд2С | 0,200 | А | 1,2 | 0,6 | 50 | 12,0 |

2.3. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают навеску кадмия массой 1,000 г, приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают досуха. Приливают 5 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха.

К остатку приливают 20 см³ раствора серной кислоты 0,5 моль/дм³ раствор, нагревают до растворения солей, охлаждают, переливают в делительную воронку вместимостью 150 см³, приливают 5 см³ раствора роданистого аммония, доливают до объема 50 см³ водой, предварительно ополоснув колбу, в которой находилась проба, добавляют 50 см³ изопропилового или этилового эфира и встряхивают в течение 2 мин. Нижнюю водную фазу отбрасывают, а эфирный экстракт промывают 25 см³ промывного раствора в течение 10 с. Промывание экстракта повторяют. Эфирный экстракт переводят в коническую колбу вместимостью 100—250 см³ и отгоняют эфир на водяной бане.

К остатку прибавляют 2 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют 5—6 капель азотной кислоты и раствор выпаривают досуха, периодически добавляя по 2 капли пероксида водорода.

При определении цинка на осциллографическом полярографе остаток обрабатывают 2—3 каплями аммиака, приливают 10 см³ фонового электролита, перемешивают и согласно табл. 1 количественно переводят в соответствующую мерную колбу, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают. Часть раствора заливают в полярографическую ячейку и проводят полярографирование цинка при оптимальном диапазоне тока и потенциале полуволны минус 1,45 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. В аналогичных условиях проводят полярографирование градуировочных растворов цинка и растворов контрольных опытов.

При определении цинка переменноточковым полярографическим методом к охлажденному остатку приливают 10 см³ раствора фосфорной кислоты, нагревают раствор до растворения солей, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 25 или 50 см³, доливают раствором фосфорной

кислоты до метки и перемешивают. Часть раствора заливают в полярографическую ячейку, продувают в течение 5 мин азотом (азот предварительно пропускают через склянки с ванадатом аммония) и проводят полярографирование при соответствующем диапазоне тока и потенциале пика минус 1,25—1,30 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. В аналогичных условиях проводят полярографирование градуировочных растворов цинка и растворов контрольных опытов.

При расчете содержания цинка из значения высоты волны анализируемой пробы вычитают высоту волны контрольного опыта, а из значения высоты волны анализируемой пробы с добавкой — высоту волны анализируемой пробы и 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 цинка при длине волны 213,8 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 цинка.

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.

Стандартные растворы цинка.

Цинк по ГОСТ 3640 не ниже марки Ц2.

Раствор А: навеску цинка массой 0,100 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до удаления оксидов азота, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг цинка.

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

1 см³ раствора содержит 0,01 мг цинка.

Кадмий по ГОСТ 1467 или ГОСТ 22860, содержащий цинка не более $1 \cdot 10^{-4}$ %, раствор 100 мг/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, 2, 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 25 см³ воды, перемешивают, охлаждают, раствор количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и перемешивают. Раствор анализируемой пробы и градуировочные растворы вводят в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют поглощение аналитической линии цинка 213,8 нм по ГОСТ 12072.0.

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

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

I серия: в двенадцать из тринадцати мерных колб вместимостью 100 см³ отмеривают 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 см³ раствора Б и 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 и 30,0 см³ раствора А (что соответствует 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 мг/дм³ цинка), 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 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 см³ раствора Б (что соответствует 0,2; 0,5; 1,0 и 2,0 мг/дм³ цинка); 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