

ФЕРРОМОЛИБДЕН

Методы определения содержания цинка, свинца
и висмута

Ferromolybdenum. Methods for the determination
of zinc, lead and bismuth content

ГОСТ
13151.8—77

Взамен
ГОСТ 13151.8—67

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 22 декабря 1977 г. № 3005 срок действия установлен

с 01.01. 1979 г.

до 01.01. 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения содержания свинца (при массовой доле свинца от 0,001 до 0,03 %), висмута (при массовой доле висмута от 0,001 до 0,05 %), цинка (при массовой доле цинка св. 0,005 до 0,03 %) и фотометрический метод определения содержания цинка (при массовой доле цинка от 0,001 до 0,005 %) с сульфарсазеном из одной навески.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13020.0—75 со следующим дополнением.

1.2. Пробы отбирают по ГОСТ 20279—74 или другими методами, обеспечивающими точность отбора, указанную в этом стандарте.

1.3. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф электронный переменнотоковый, обеспечивающий чувствительность метода 0,0005 %.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр 340. Допускается применение pH-метров других типов.

Ионообменная колонка (см. чертеж), наполненная слабоосновным анионитом типа АН-31 в хлор-форме с размером зерна 0,2—0,3 мм. Смолу просевают через сито с сеткой № 02 и 04 по ГОСТ 6613—73. Фракцию, прошедшую через сито с сеткой № 02



и оставшуюся на сите с сеткой № 04, отбрасывают. Фракцию, оставшуюся на сите с сеткой № 02, замачивают на 12 ч в насыщенном растворе хлористого натрия так, чтобы уровень раствора над слоем смолы был 8—10 см. Замачивают смолу последовательно в растворе соляной кислоты, разбавленной 1:1, для удаления ионов железа (проба роданидом аммония), затем в воде. После декантации воды смолу обрабатывают 5%-ным раствором гидроокиси натрия или соды до отрицательной реакции на хлор-ион (проба азотокислым серебром). Промывают ионит водой до нейтральной реакции и переносят в колонку, в нижнюю часть которой предварительно помещают тампон из стеклянной ваты. Слой анионита в колонке должен быть ровным, пузырьки воздуха должны отсутствовать. После заполнения колонки через нее со скоростью 1 мл/мин пропускают 200 мл 2 н. соляной кислоты, 100 мл воды и вновь 100 мл 2 н. раствора соляной кислоты.

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

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

Кислота азотная по ГОСТ 11125—73 и разбавленная 1:3 и 1 н. раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77 и разбавленная 1:1 и 2 н., 1 н., 0,65 н., 0,02 н. растворы.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—58, не содержащая свинца.

Кислота хлорная, 57%-ный раствор.

Кислота винная (виннокаменная) по ГОСТ 5817—69, 10%-ный раствор.

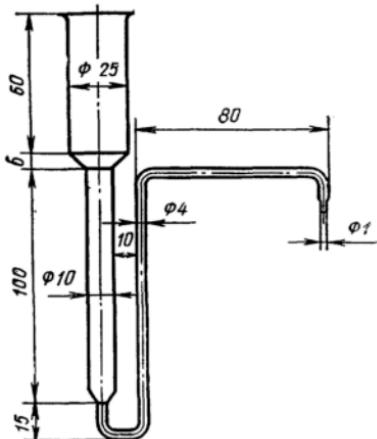
Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 10%-ный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, 0,2 н. раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, 5%-ный раствор и 1М, 0,2 н. растворы.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 1М раствор.

Фон для полярографирования цинка готовят следующим образом: 1М раствор аммиака и 1М раствор хлористого аммония смешивают в соотношении 1:1.



Фон для полярографирования свинца — 1М раствор фосфорной кислоты.

Фон для полярографирования висмута — 1М раствор соляной кислоты.

Буферный ацетатно-аммонийный раствор (pH 8,9—9,0) готовят следующим образом: смешивают 34 мл 0,2 н. раствора уксусной кислоты и 67 мл 0,2 н. раствора аммиака.

Сульфарсазен, 0,02%-ный раствор, приготовленный на ацетатно-аммонийном буферном растворе.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) безводный по ГОСТ 195—77.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962—67.

Свинец по ГОСТ 3778—74.

Стандартные растворы свинца.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г свинца растворяют в 20 мл азотной кислоты. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,0001 г свинца.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,000005 г свинца.

Висмут по ГОСТ 10928—75.

Стандартные растворы висмута.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г висмута растворяют в 20 мл азотной кислоты. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,0001 г висмута.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,000005 г висмута.

Цинк по ГОСТ 3640—75.

Стандартные растворы цинка.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г цинка растворяют в 15 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,0001 г цинка.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,000005 г цинка.

**3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ
СВИНЦА [от 0,001 до 0,03 %], ВИСМУТА [от 0,001 до 0,05 %],
ЦИНКА [св. 0,005 до 0,03 %] ИЗ ОДНОЙ НАВЕСКИ**

3.1. Сущность метода

Метод основан на способности анионитов сорбировать анионные хлорокомплексы различной устойчивости, образуемые цинком, свинцом и висмутом в солянокислой среде. Цинк, свинец и висмут сорбируются в 2 н. солянокислом растворе на слабоосновном анионите типа АН-31. Десорбируют: цинк 0,65 н. раствором соляной кислоты, свинец 0,02 н. раствором соляной кислоты, висмут 1 н. раствором азотной кислоты. Проводят полярографирование: цинка на фоне 1М раствора аммиака и 1М раствора хлористого аммония, при потенциале пика минус 1,3 В; свинца на фоне 1М фосфорной кислоты при потенциале минус 0,51 В; висмута на фоне 1М соляной кислоты при потенциале минус 0,09 В по отношению ртутного анода. Режим полярографирования — переменно-токовый.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску ферромолибдена массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 мл, растворяют на холodu в 50 мл азотной кислоты, разбавленной 2:3, приливают 10 мл соляной кислоты и раствор выпаривают до получения влажных солей. Соли растворяют в 10 мл соляной кислоты и вновь выпаривают до влажных солей. Обработку солей 10 мл соляной кислоты и выпаривание повторяют дважды при слабом нагреве плиты. Соли растворяют в 10 мл соляной кислоты и 50 мл горячей воды. Раствор охлаждают и заливают его через быстрофильтрующий фильтр в колонку с анионитом, предварительно промытую 2 н. раствором соляной кислоты, пропуская через слой сорбента со скоростью 0,5 мл/мин. Вытекающий из колонки раствор отбрасывают. Колонку промывают 200 мл 2 н. раствора соляной кислоты со скоростью 1 мл/мин. Когда последняя порция кислоты достигнет верхнего уровня анионита, последовательно десорбируют со скоростью 1 мл/мин цинк, свинец, висмут: цинк — 175—200 мл 0,65 н. раствора соляной кислоты, свинец — 200 мл 0,02 н. раствора соляной кислоты, висмут — 300 мл 1 н. раствора азотной кислоты.

Элюат, содержащий свинец, выпаривают до сиропообразного состояния, приливают 1 мл азотной кислоты, 2 мл хлорной кислоты, выпаривают до появления паров хлорной кислоты. Стенки стакана обмывают водой и вновь выпаривают до паров хлорной кислоты. Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 50 мл 1М раствором фосфорной кислоты, доливают до метки этим же раствором фона и перемешивают.

Элюат, содержащий висмут, выпаривают до малого объема и переводят в стаканчик вместимостью 100 мл. Приливают 2 мл хлорной кислоты и выпаривают до паров хлорной кислоты. Стен-