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 олова

Cadmium. Methods of tin determination

ГОСТ 12072.7—79

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.12.80

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

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 919—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 12072.0.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении олова в виде метаоловянной кислоты на диоксиде марганца в растворе азотной кислоты 1 моль/дм^3 и последующем измерении светопоглощения окрашенного комплекса олова с фенилфлуороном при длине волны 510 нм.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1, и раствор 1 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4, и раствор 2,5 моль/дм^3.

Кислота аскорбиновая, раствор 20 г/дм^3, свежеприготовленный.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 100 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Водорода перекись (пероксид) по ГОСТ 10929.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 6 г/дм^3.

Марганец азотнокислый по ТУ 6—09—4011, раствор 10 г/дм^3.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 10 г/дм^3.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Фенилфлуорон (2, 3, 7-триокси-9-фенил-6-флуорон) по ТУ 6—09—05—289, раствор 1 г/дм^3: навеску реактива массой 0,1 г растворяют при нагревании в колбе вместимостью 100 см^3 в 50 см^3 этилового спирта с добавлением 0,5 см^3 соляной кислоты. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки этиловым спиртом и перемешивают. Раствор сохраняют в посуде из темного стекла.

Олово по ГОСТ 860.

Стандартные растворы олова.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

Раствор А: навеску тонко растертого олова массой 0,100 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ серной кислоты, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки раствором серной кислоты 2,5 моль/дм³ и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг олова.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отмеривают пипеткой 10 см³ раствора А, доливают до метки раствором серной кислоты 2,5 моль/дм³ и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг олова.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску кадмия массой 2,000 г (при массовой доле олова до 0,002 %) или 0,500 г (при массовой доле олова св. 0,002 %) растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, удаляют оксиды азота кипячением, разбавляют водой до 100 см³, приливают 3 см³ раствора азотнокислого марганца, нейтрализуют раствор аммиаком до выделения бурого гидроксида марганца и добавляют 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор нагревают до кипения, приливают 10 см³ раствора марганцовокислого калия, доливают водой до 150 см³, кипятят 5 мин и оставляют на 50—60 мин в шкафу в теплом месте.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают его и колбу, в которой проводилось осаждение, 5—6 раз горячим раствором азотной кислоты 1 моль/дм³. Осадок с развернутого фильтра смывают небольшим количеством воды в колбу, где проводилось осаждение, фильтр обрабатывают 10 см³ горячей серной кислоты, разбавленной 1:4, с добавлением 6—7 капель пероксида водорода, затем фильтр промывают 2 раза горячей водой. Полученный раствор переливают в стакан вместимостью 100 см³. Раствор выпаривают до паров серной кислоты, охлаждают, ополаскивают стенки стакана 3—4 см³ воды и выпаривают досуха. К охлажденному остатку приливают 2,5 см³ раствора серной кислоты 2,5 моль/дм³, 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, нагревают, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, последовательно при перемешивании прибавляют 2 см³ раствора лимонной кислоты, 1 см³ раствора желатина; 3 см³ ацетона, 1 см³ раствора фенилфлуорона, доливают до метки водой, перемешивают, оставляют на 1 ч для развития окраски. Оптическую плотность раствора измеряют в соответствующей кювете при длине волны 510 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Содержание олова устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи стаканов вместимостью 100 см³ отмеривают соответственно пипетками 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора Б олова, что соответствует 10; 20; 30; 40; 50 и 60 мкг олова, выпаривают досуха и охлаждают. В каждый стакан добавляют по 2,5 см³ раствора серной кислоты 2,5 моль/дм³, 2 см³ аскорбиновой кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

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

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении олова на диоксиде марганца из раствора азотной кислоты 1 моль/дм³ и полярографировании олова на кислом натриево-хлоридном фоновом электролите при потенциале пика минус 0,50 В по сравнению с насыщенным каломельным электродом.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Полярограф осциллографический или переменного тока с принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1, и раствор 1 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:5.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 6 г/дм³.

Гидразин солянокислый по ГОСТ 22159.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, не содержащий свинца.

Фоновый электролит: в полиэтиленовый сосуд вместимостью 2 дм³ помещают 200 г хлористого натрия, 40 г солянокислого гидразина, 400 см³ соляной кислоты, приливают воду до объема 2 дм³ и перемешивают.

Олово по ГОСТ 860.