

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/дм³ и последующем измерении светопоглощения окрашенного комплекса олова с фенолфлуороном при длине волны 510 нм.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

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

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4, и раствор 2,5 моль/дм³.

Кислота аскорбиновая, раствор 20 г/дм³, свежеприготовленный.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 100 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Водорода перекись (пероксид) по ГОСТ 10929.

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

Марганец азотнокислый по ТУ 6—09—4011, раствор 10 г/дм³.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 10 г/дм³.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Фенолфлуорон (2, 3, 7-триокси-9-фенил-6-флуорон) по ТУ 6—09—05—289, раствор 1 г/дм³: навеску реактива массой 0,1 г растворяют при нагревании в колбе вместимостью 100 см³ в 50 см³ этилового спирта с добавлением 0,5 см³ соляной кислоты. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки этиловым спиртом и перемешивают. Раствор сохраняют в посуде из темного стекла.

Олово по ГОСТ 860.

Стандартные растворы олова.

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.

Стандартный раствор олова А: навеску тонко истертого металлического олова массой 0,100 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ серной кислоты и нагревают до полного растворения навески, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг олова.

Стандартный раствор олова Б: отмеривают пипеткой 20 см³ стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,02 мг олова.

Стандартный раствор олова Б применяют свежеприготовленный.

Градуировочные растворы олова (способ сравнения): в четыре из пяти мерных колб вместимостью 100 см³ отмеривают соответственно микропипеткой 0,4; 0,8; 1,2 и 1,6 см³ стандартного раствора олова А, доливают каждую из колб до метки фоновым электролитом и перемешивают. Растворы соответственно содержат 0,4; 0,8; 1,2 и 1,6 мг/дм³ олова.

Градуировочные растворы олова (способ добавки стандартного раствора): к двум навескам кадмия отмеривают микропипеткой стандартный раствор олова Б согласно табл. 1, приливают по 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом, нагревают до растворения навески и удаления оксидов азота. Далее поступают, как указано в п. 3.3.

Таблица 1

| Массовая доля в навеске кадмия, % | Масса навески, г | Количество добавленного олова Б | | Объем мерной колбы, см ³ | Массовая концентрация олова, мг/дм ³ |
|-----------------------------------|------------------|---------------------------------|------|-------------------------------------|---|
| | | см ³ | мг | | |
| До 0,001 | 2,500 | 0,5 | 0,01 | 50 | 0,2 |
| Св. 0,001 » 0,002 | 2,500 | 1,0 | 0,02 | 50 | 0,4 |
| » 0,001 » 0,002 | 2,500 | 2,0 | 0,04 | 50 | 0,8 |
| » 0,002 » 0,005 | 1,000 | 2,5 | 0,05 | 50 | 1,0 |
| » 0,002 » 0,005 | 1,000 | 4,0 | 0,08 | 50 | 1,6 |

Марганец азотнокислый по ТУ 6—09—4011, раствор 10 г/дм³.

3.3. Проведение анализа

Навеску кадмия массой 2,500 г (при массовой доле олова до 0,002 %) или 1,000 г (при массовой доле олова св. 0,002 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом, нагревают до растворения навески. Часовое стекло ополаскивают 4—5 см³ воды, приливают 125 см³ воды и нейтрализуют аммиаком до pH 3—3,5 по универсальной индикаторной бумаге, прибавляют 3 см³ раствора азотнокислого марганца, нагревают до кипения, приливают по каплям 5 см³ раствора марганцовокислого калия, кипятят 5 мин и оставляют в теплом месте на 50—60 мин. При этом должен выпасть крупнозернистый осадок диоксида марганца. Осадок отфильтровывают на бумажный фильтр средней плотности. Осадок на фильтре и колбу промывают 5—6 раз горячим раствором азотной кислоты 1 моль/дм³ и 2 раза горячей водой. Осадок смывают с развернутого фильтра (с помощью промывалки) 30—35 см³ горячего фонового электролита в колбу, в которой проводилось осаждение, накрывают колбу часовым стеклом, кипятят 1 мин, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают. Часть раствора помещают в электролизер и проводят полярографирование олова при потенциале пика минус 0,50 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. В аналогичных условиях проводят полярографирование градуировочных растворов олова и соответствующих растворов контрольных опытов.

При расчете содержания олова способом сравнения с градуированными растворами из высоты волны анализируемой пробы вычитают высоту волны контрольного опыта.

При расчете содержания олова способом добавки стандартного раствора из высоты волны анализируемой пробы с добавкой вычитают высоты волн анализируемой пробы и контрольного опыта.

3.1—3.3. (Измененная редакция, Изм. № 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю олова (X), %, при фотометрическом методе вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m - 10000},$$

где m — масса навески, г;

m_1 — количество олова, найденное в растворе анализируемой пробы по градуировочному графику, мкг.

4.2. Массовую долю олова (X), %, при полярографическом методе вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot V \cdot C}{h \cdot m - 10000},$$

где H — высота волны олова анализируемого раствора пробы, мм;

V — объем мерной колбы, см³;

C — массовая концентрация олова в градуировочном растворе, мг/дм³;

h — высота волны олова градуировочного раствора, мм;

m — масса навески, г.

4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля олова, % | Допускаемое расхождение параллельных определений, % | Допускаемое расхождение результатов анализа, % |
|----------------------------|---|--|
| От 0,0005 до 0,0010 включ. | 0,0002 | 0,0003 |
| Св. 0,0010 » 0,0030 » | 0,0003 | 0,0004 |
| » 0,0030 » 0,0050 » | 0,0006 | 0,0008 |

4.2, 4.3. (Измененная редакция, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.08.79 № 3230

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 919—78

4. ВЗАМЕН ГОСТ 12072.7—71

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|--------------|---|--------------|
| ГОСТ 860—75 | 2.2, 3.2 | ГОСТ 10929—76 | 2.2 |
| ГОСТ 2603—79 | 2.2 | ГОСТ 11293—89 | 2.2 |
| ГОСТ 3118—77 | 2.2, 3.2 | ГОСТ 12072.0—79 | 1.1 |
| ГОСТ 3652—69 | 2.2 | ГОСТ 18300—87 | 2.2 |
| ГОСТ 3760—79 | 2.2, 3.2 | ГОСТ 20490—75 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 4204—77 | 2.2, 3.2 | ГОСТ 22159—76 | 3.2 |
| ГОСТ 4233—77 | 3.2 | ТУ 6—09—4011—75 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 4461—77 | 2.2, 3.2 | ТУ 6—09—05—289—78 | 2.2 |

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в июне 1981 г., августе 1984 г., июле 1990 г. (ИУС 9—81, 12—84, 11—90)