

КАДМИЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТАЛЛИЯ

Издание официальное

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**КАДМИЙ****Методы определения таллия**Cadmium. Methods of thallium
determination**ГОСТ
12072.1—79**

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.12.80

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения таллия (при массовой доле таллия от 0,0005 до 0,1 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле таллия от 0,001 до 0,1 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 920—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 таллия от мешающих элементов из солянокислой среды и полярографировании таллия на фоне аммонийно-аммиачного раствора при потенциале полувольты минус 0,45 В относительно насыщенного каломельного электрода.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Полярограф осциллографический и полярограф переменного тока с принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Бром по ГОСТ 4109.

Натрий сернистокислый по ТУ 6—09—5313, насыщенный раствор.

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

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

Аммиачный фоновый электролит: в склянку вместимостью 1 дм³ помещают 100 см³ насыщенного раствора сернистокислого натрия, 50 г хлористого аммония, 100 см³ аммиака, приливают около 500 см³ воды, перемешивают, прибавляют 2 см³ раствора желатина в случае полярографирования на осциллографическом полярографе, доливают до объема 1 дм³ водой и перемешивают.

Срок годности фонового электролита — 7 дней.

Таллий по ГОСТ 18337.

Стандартные растворы таллия.

Раствор А: навеску таллия массой 0,250 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения металла, приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до выделения паров серного ангидрида. Охлаждают, смывают стенки 3—4 см³ воды и снова выпаривают, как указано выше. К остатку осторожно приливают 50—60 см³ воды, перемешивают, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг таллия.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 250 см³ отмеривают пипеткой 25 см³ раствора А, приливают 3 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг таллия.

Градуировочные растворы таллия (способ сравнения): в шесть из семи конических колб вместимостью 100 см³ отмеривают соответственно 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³ стандартного раствора Б и выпаривают до слегка влажного остатка. К остатку приливают по 45—50 см³ фонового электролита, перемешивают, количественно переводят в мерные колбы вместимостью 200 см³, доливают до метки фоном и перемешивают. Первые шесть растворов содержат соответственно 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5 и 10 мг/дм³ таллия, а седьмой раствор служит для контрольного опыта.

Срок годности растворов — семь дней.

Градуировочные растворы таллия (способ добавки стандартного раствора): к двум навескам кадмия отмеривают микропипеткой стандартный раствор таллия Б согласно табл. 1, приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, добавляют 1,5—2 см³ азотной кислоты, выпаривают до объема 3—4 см³ и далее поступают, как указано в п. 2.3.

Таблица 1

| Марка кадмия | Масса навески, г | Количество добавленного стандартного раствора, Б | | Объем мерной колбы, см ³ | Массовая концентрация таллия, мг/дм ³ |
|--------------|---------------------|---|------|--|--|
| | | см ³ | мг | | |
| Кд0А | 2,000 | 0,1 | 0,01 | 25 | 0,4 |
| Кд0А | 2,000 | 0,2 | 0,02 | 25 | 0,8 |
| Кд0 | 1,000 | 0,3 | 0,03 | 25 | 1,2 |
| Кд0 | 1,000 | 0,5 | 0,05 | 25 | 2,0 |
| Кд1 | 1,000 | 1,2 | 0,12 | 50 | 2,4 |
| Кд1 | 1,000 | 1,8 | 0,18 | 50 | 3,6 |

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску кадмия массой 1,000 г (массовая доля таллия до 0,015 %) или 0,500 г (массовая доля таллия выше 0,015 %) помещают в коническую колбу вместимостью 100—250 см³, приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, нагревают до кипения, добавляют по каплям 1,5—2 см³ азотной кислоты и раствор выпаривают до объема 3—4 см³. Приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, добавляют 3—4 капли брома, накрывают часовым стеклом, оставляют в теплом месте на 5—6 мин, охлаждают (раствор должен быть желтым или бурым), переводят в делительную воронку вместимостью 100 см³, ополаскивают колбу 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, и присоединяют к раствору в делительной воронке. В делительную воронку приливают 25 см³ этилового или изопропилового эфира и встряхивают в течение 1,5—2 мин. Жидкостям дают расслоиться, водный слой сливают в коническую колбу вместимостью 100 см³, а эфирный экстракт встряхивают 2 раза с 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, в течение 30 с. Промывную жидкость присоединяют к водному слою (в коническую колбу вместимостью 100 см³), в котором можно определить содержание свинца.

Эфирный экстракт помещают в чистую коническую колбу вместимостью 100 см³, предварительно добавив в нее 1 см³ воды, отгоняют эфир на водяной бане, к остатку прибавляют 1 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до выделения паров серной кислоты с добавлением 5—6 капель перекиси водорода. Стенки смывают 2—2,5 см³ воды и продолжают выпаривать до слегка влажного остатка.

К охлажденному остатку приливают 10 см³ фонового электролита, перемешивают, переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³ (массовая доля таллия до 0,005 %), 50 см³ (массовая доля таллия выше 0,005 %), доливают до метки фоном и перемешивают.

Часть раствора заливают в электролизер и полярографируют таллий при потенциале пика минус 0,45 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. В аналогичных условиях проводят полярографирование градуировочных растворов таллия и соответствующих растворов контрольных опытов.

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

При расчете содержания таллия способом добавки стандартного раствора из высоты волны анализируемой пробы с добавкой вычитают высоту волны контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения аналитической линии таллия при длине волны 276,8 нм с введением растворов анализируемых проб и градуировочных растворов в воздушно-ацетиленовое пламя. Навески кадмия предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любой марки с источником излучения для таллия.

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, 2 моль/дм³ раствор.

Таллий по ГОСТ 18337.

Стандартный раствор таллия: навеску таллия массой 0,100 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения металла и удаления оксидов азота. Приливают 20—25 см³ воды, перемешивают, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг таллия.

Кадмий по ГОСТ 1467 или по ГОСТ 22860, содержащий таллий не более $2 \cdot 10^{-4}$ %, раствор 100 г/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. № 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 растворения металла и удаления оксидов азота. Приливают 20—25 см³ воды, перемешивают, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор анализируемой пробы и градуировочные растворы вводят в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют поглощение аналитической линии таллия 276,8 нм по ГОСТ 12072.0.

При необходимости из раствора анализируемой пробы могут быть определены также содержания свинца, железа, цинка, меди и никеля.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.3.2. Для построения градуировочных графиков готовят две серии градуировочных растворов.

I серия: в семь из восьми мерных колб вместимостью 100 см³ отмеривают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора (что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 мг/дм³ таллия), в каждую из колб приливают по 10 см³ раствора азотной кислоты 2 моль/дм³, доливают водой до метки и перемешивают. Основой этих градуировочных растворов служит вода.

II серия: в четыре из пяти мерных колб вместимостью 100 см³ отмеривают 0,5; 1,0; 2,0 и 4,0 см³ стандартного раствора (что соответствует 0,5; 1,0; 2,0 и 4,0 мг/дм³ таллия), 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 градуировочным растворам I серии измеряют растворы анализируемых проб из навески массой 1—2,5 г; II серия градуировочных растворов служит для анализа растворов анализируемых проб из навески массой 5 г.

При определении из одного раствора свинца, железа, цинка, меди и никеля в каждую из указанных выше колб добавляют такие количества стандартных растворов этих элементов, которые бы соответствовали концентрациям их в градуировочных растворах.

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю таллия (X), %, при полярографическом определении вычисляют по формуле

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

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

V — объем мерной колбы, см³;

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

h — высота волны таллия градуировочного раствора, мм;

m — масса навески, г.

4.2. Массовую долю таллия (X), %, при атомно-абсорбционном определении вычисляют по формуле

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

где C — массовая концентрация таллия в анализируемом растворе, мг/дм³;

V — объем мерной колбы, см³;

m — масса навески, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

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

Таблица 2

| Массовая доля таллия, % | Допускаемое расхождение параллельных определений, % | Допускаемое расхождение результатов анализа, % |
|----------------------------|---|--|
| От 0,0005 до 0,0010 включ. | 0,0003 | 0,0004 |
| Св. 0,0010 » 0,0040 » | 0,0005 | 0,0006 |
| » 0,0040 » 0,0100 » | 0,0010 | 0,0013 |
| » 0,010 » 0,020 » | 0,002 | 0,003 |
| » 0,020 » 0,080 » | 0,004 | 0,005 |
| » 0,080 » 0,100 » | 0,005 | 0,006 |

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.И. Лысенко, Л.И. Максай, Р.Д. Коган, В.А. Колесникова, Н.А. Романенко, Л.К. Ларина,
М.Г. Саюн

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

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 920—78

4. ВЗАМЕН ГОСТ 12072.1—71

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|--|--------------|--|--------------|
| ГОСТ 1467—93 | 3.2 | ГОСТ 11125—84 | 3.2 |
| ГОСТ 3118—77 | 2.2 | ГОСТ 11293—89 | 2.2 |
| ГОСТ 3760—79 | 2.2 | ГОСТ 12072.0—79 | 1.1, 3.3.1 |
| ГОСТ 4109—79 | 2.2 | ГОСТ 18337—95 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 4204—77 | 2.2 | ГОСТ 22860—93 | 3.2 |
| ГОСТ 4461—77 | 2.2 | ТУ 6—09—3704—74 | 2.2 |
| ГОСТ 10929—76 | 2.2 | ТУ 6—09—5313—87 | 2.2 |

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

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1981 г., августе 1984 г., июле 1990 г. (ИУС 5—81, 12—84, 11—90)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 08.02.99. Подписано в печать 23.02.99. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 122 экз. С2050. Зак. 145.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102