

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ
СОЕДИНЕНИЯ ЦИНКАПолярографический метод определения
примеси меди, свинца и кадмияГОСТ
21979—76Reagents. Zinc compounds. Polarographic method for the determination of
copper, lead and cadmium as impuritiesМКС 71.040.30
ОКСТУ 2609Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 июня 1976 г. № 1587
дата введения установлена

01.07.77

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и особо чистые вещества и устанавливает полярографический метод определения примеси меди, свинца и кадмия в соединениях цинка при содержании их в анализируемом препарате в пределах 0,01—0,0005 % и 0,0005—0,000005 %.

Стандарт не распространяется на окись цинк-ванадия, ванадиевоокислый, вольфрамвоокислый, молибденовоокислый, железистосинеродистый и мышьяковистый цинк.

Сущность метода заключается в изменении силы тока, обусловленного электрохимическим процессом, в зависимости от количества определяемой примеси в анализируемом растворе и в растворах сравнения. Потенциалы полуволи: Cu—0,22 В, Pb—0,45 В, Cd—0,65 В.

Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ МЕДИ, СВИНЦА И КАДМИЯ ПРИ СОДЕРЖАНИИ
ИХ В СОЕДИНЕНИЯХ ЦИНКА В ПРЕДЕЛАХ 0,01—0,0005 %

1.1. Определение основано на восстановлении ионов определяемых примесей на ртутном каплюющем электроде.

1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф ПУ-1 или любой другой, имеющий режим полярографирования постоянного тока.

Ячейка полярографическая с насыщенным каломельным или хлорсеребряным электродом (или донной ртутью) — анодом и с ртутным каплюющим электродом — катодом.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88* 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг.

Колба мерная 1—25—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 8—2—0,2 и 6—1—5 по ГОСТ 29227—91.

Чаша 20 по ГОСТ 19908—90.

Цилиндр 1—10 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—89, раствор с массовой долей желатина 0,1 %.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей аскорбиновой кислоты 25 %.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., концентрированная, раствор 1 : 1 и концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Азот газообразный по ГОСТ 9293—74 или любой инертный газ (в баллоне).

Соединения цинка, не содержащие примеси определяемых элементов или с минимальным их содержанием; определение проводят методом добавок.

Ртуть по ГОСТ 4658—73, Р-0, очищенная для полярографических работ.

Растворы, содержащие по 1 мг/см³ меди, свинца и кадмия; готовят по ГОСТ 4212—76.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2.1. (Исключен, Изм. № 1).

1.3. Подготовка к анализу

Навеска анализируемого препарата составляет 5,00 г. Легкорастворимые препараты растворяют в цилиндре в 10 см³ раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³. Труднорастворимые препараты растворяют в кварцевой чаше при нагревании в 15 см³ раствора (1 : 1) соляной кислоты, прибавляют 5 см³ концентрированной соляной кислоты, выпаривают на кипящей водяной бане почти досуха. Остаток обрабатывают 3—5 см³ воды и выпаривают почти досуха. Обработку водой и выпаривание повторяют. Остаток растворяют в цилиндре в 10 см³ раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³.

В препаратах с органическими анионами (кроме винно-, муравьино-, уксусно- и лимоннокислых) перед определением следует провести удаление органических веществ по ГОСТ 17319—76.

Одновременно в тех же условиях с теми же количествами реактивов проводят контрольный опыт, и при необходимости в расчетную формулу вводят поправку.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.4. Проведение анализа

1.4.1. 5 мл полученного раствора препарата вносят пипеткой 6—1—5 в полярографическую ячейку, прибавляют 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 0,1 см³ раствора желатин, перемешивают, продувают в течение 10—20 мин азот или инертный газ и снимают полярограмму при визуальном подобранной чувствительности в интервале потенциалов от 0,0 до —0,8 В со скоростью 200—400 мВ/мин.

Чувствительность прибора подбирают так, чтобы высота волны определяемой примеси была не менее 20—30 мм.

Содержание каждой примеси в препарате находят по методу добавок или по градуировочному графику.

1.4.2. Определение по методу добавок

В ту же ячейку прибавляют растворы, содержащие медь, свинец и кадмий, в объеме, соответствующем нормативно-технической документации на анализируемый препарат, перемешивают, продувают в течение 10—20 мин азот или инертный газ и снова снимают полярограмму. Суммарная погрешность приготовления этих растворов не должна превышать ±1 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Высоты волн для определяемых примесей в растворах с добавками должны быть примерно вдвое больше высот волн определяемых примесей в анализируемых растворах.

1.4.3. Обработка результатов

Массовую долю каждой примеси (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot h_2 \cdot 100}{\left(\frac{V_2}{V_1} h_2 - h_1\right) \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса определяемой примеси, введенная с раствором, содержащим Cu, Pb и Cd, мг;

h_1 — высота волны определяемой примеси в анализируемом растворе, мм;

h_2 — высота волны определяемой примеси в растворе с добавками, мм;

m — масса навески препарата в ячейке, г;

V_1 — объем раствора в ячейке до введения раствора, содержащего Cu, Pb и Cd, см³;

V_2 — общий объем раствора в ячейке, см³.

1.4.4. Определение по градуировочному графику

Для построения градуировочного графика готовят шесть растворов сравнения. Для приготовления каждого раствора сравнения 12,5 г соответствующего препарата, не содержащего примеси опре-

деляемых элементов, или с минимальным их содержанием, растворяют по п. 1.3, переносят в мерную колбу и прибавляют растворы, содержащие медь, свинец и кадмий в количествах, указанных в таблице. Объем каждого раствора доводят раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³ до метки и перемешивают.

Номер раствора сравнения	Объем раствора, содержащего примеси, см ³			Введено в растворы сравнения в виде добавок, мг/25 см ³			Массовая доля в растворе сравнения в пересчете на препарат, %		
	Cu	Pb	Cd	Cu	Pb	Cd	Cu	Pb	Cd
1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2	0,05	0,5	0,1	0,05	0,5	0,1	0,0004	0,004	0,008
3	0,075	0,75	0,2	0,075	0,75	0,2	0,0006	0,006	0,016
4	0,10	1,0	0,3	0,10	1,0	0,3	0,0008	0,008	0,024
5	0,125	1,5	0,4	0,125	1,5	0,4	0,0010	0,012	0,032
6	0,15	2,0	0,5	0,15	2,0	0,5	0,0012	0,016	0,040

Снимают полярограмму каждого раствора, измеряют полученные высоты волн определяемых примесей и строят градуировочные графики, откладывая на оси абсцисс массовую долю определяемой примеси в пересчете на препарат, на оси ординат — высоты волн определяемых примесей в миллиметрах.

Для построения каждой точки графика вычисляют среднее арифметическое значение высот волн трех параллельных определений примесей. Градуировочный график проверяют один раз в три месяца, а также при замене реактивов, индикаторного электрода или полярографа.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по градуировочному графику.

1.5. За результат анализа по методу добавок или по градуировочному графику принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 5 % относительно определяемых концентраций.

Пределы допускаемого значения относительной суммарной погрешности результата анализа по методу добавок $\pm 0,3$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

1.4.1—1.5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ МЕДИ, СВИНЦА И КАДМИЯ ПРИ СОДЕРЖАНИИ ИХ В СОЕДИНЕНИЯХ ЦИНКА В ПРЕДЕЛАХ 0,0005—0,000005 %

2.1. Определение основано на предварительном накоплении определяемых элементов на висющей ртутной капле или ртутно-графитовом электроде и снятии кривых анодного растворения образующихся амальгам.

Содержание каждой примеси в препарате находят по методу добавок.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф ПУ-1 или любой другой, имеющий режим полярографирования постоянного тока, или потенциостат.

Мешалка магнитная с магнитом, запаянным в стекло или полиэтилен.

Ячейка полярографическая с насыщенным каломельным (или хлорсеребряным) электродом — анодом и с висющей каплей ртути или ртутно-графитовым электродом — катодом.

Азот газообразный по ГОСТ 9293—74 или любой инертный газ (в баллоне).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Растворы, содержащие по 1 мг/см³ Hg (II), Cu, Pb, Cd; готовят по ГОСТ 4212—76.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.1. (Исключен, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

Подготовку анализируемого препарата проводят по п. 1.3. 10 см³ анализируемого раствора помещают в полярографическую ячейку, (прибавляют 0,2 см³ раствора ртути при работе с графитовым электродом), перемешивают, продувают в течение 10—20 мин азот или инертный газ, включа-

ют магнитную мешалку и проводят накопление определяемых элементов при потенциале — 1,0 В в течение 3—15 мин. Затем мешалку останавливают и через 30 с снимают анодную полярограмму от — 0,8 до 0,0 В. Затем проводят деполяризацию при потенциале — 0,05 В в течение 1—3 мин, после этого в ту же ячейку прибавляют растворы, содержащие медь, свинец и кадмий, масса которых (в миллиграммах) соответствует нормативно-технической документации на анализируемый препарат. Затем снова проводят накопление и снимают анодную полярограмму, как описано выше.

Высоты волн определяемых примесей в растворах с добавками должны быть примерно вдвое больше высот волн определяемых примесей в анализируемом растворе.

Допускается проведение анализа без предварительного продувания анализируемого раствора азотом или инертным газом в тех случаях, когда аналитический сигнал определяемых элементов четко проявляется в присутствии растворенного кислорода.

2.4. Обработку результатов проводят по п. 1.4.3.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 15% относительно определяемых концентраций.

Пределы допускаемого значения относительной суммарной погрешности результата анализа $\pm 10\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

2.3, 2.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).