УДК 669.715.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения кадмия

ГОСТ 11739.9—90

Aluminium casting and wrought alloys
Methods for determination of cadmium

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает полярографический (при массовой доле кадмия от 0,005 до 1,0 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле кадмия от 0,01 до 1,0%) методы определения кадмия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и полярографировании кадмия при потенциале восстановления от минус 0,5 В до минус 0,9 В на фоне хлоридно-аммиачного раствора и раствора сернистокислого натрия.

Цинк, медь и никель не мешают определению кадмия. При массовой доле кадмия менее 0,01% в присутствии меди при ее массовой доле более 1% последнюю отделяют электролизом.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф универсальный или переменнотоковый.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см^3 и растворы 1:1, 1:9.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

48г-95
27

gost.e-ecolog.ru

Кислота азотная по ГОСТ 4204, плотностью 1,35—1,40 г/см³, раствор 1:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195.

Раствор полярографического фона: 100 г хлористого аммония и 50 г сернистокислого натрия растворяют в 500 см³ горячей воды, после растворения приливают 100 см³ аммиака, охлаждают, доливают водой до объема 1000 см³ и перемешивают.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия: 10 г алюминия помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 50 см³ воды, затем небольшими порциями 300 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при умеренном нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Кадмий по ГОСТ 22860 марки Кд000.

Стандартный раствор кадмия: 0,1 г кадмия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и 10 см³ раствора азотной кислоты. По окончании растворения раствор упаривают почти досуха, затем два раза повторяют упаривание с 10 см³ соляной кислоты. К охлажденному остатку добавляют 100 см³ раствора соляной кислоты (1:9), охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,0001 г кадмия.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой согласно табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при умеренном нагревании. После прекращения бурной реакции добавляют 2 см³ пероксида водорода и продолжают нагревание до полного растворения пробы. Стенки колбы обмывают 10 см³ воды и кипятят 5 мин.

Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, используя для обмывания стенок колбы не более 30 см³ воды, осторожно добавляют 5 см³ аммиака, охлаждают, доливают раствором полярографического фона до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через бумажный фильтр в сухую коническую колбу.

2.3.2. Часть фильтрата помещают в ячейку полярографа с донной ртутью и полярографируют согласно инструкции по эксплуатации прибора в переменно-токовом режиме при напряжении от минус 0,5 В до минус 0,9 В.

2.3.3. Раствор контрольного опыта готовят согласно п. 2.3.1 со всеми реактивами, используемыми в анализе.

Таблица 1

Массовая доля кадмия, %	Масса навески, г
От 0,005 до 0,05 включ.	1
Св. 0,05 » 0,2 »	0,5
» 0,2 » 1,0 »	0,2

2.3.4. Массовую долю кадмия рассчитывают по градуировочному графику.

2.3.5. *Построение градуировочных графиков*

2.3.5.1. При массовой доле кадмия от 0,005 до 0,05% в семь мерных колб вместимостью по 200 см³ помещают по 50 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г кадмия.

2.3.5.2. При массовой доле кадмия от 0,05 до 0,2% в семь мерных колб вместимостью по 200 см³ помещают по 25 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 2,5; 3,0; 4,0; 5,0; 7,5; 10,0 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,00025; 0,0003; 0,0004; 0,0005; 0,00075; 0,001 г кадмия.

2.3.5.3. При массовой доле кадмия от 0,2 до 1,0% в шесть мерных колб вместимостью по 200 см³ помещают по 10 см³ раствора алюминия, в пять из них отмеряют 4,0; 6,0; 10,0; 15,0; 20,0 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,0004; 0,0006; 0,001; 0,0015; 0,002 г кадмия.

2.3.5.4. Во все колбы (см. пп. 3.3.5.1, 3.3.5.2 и 3.3.5.3) приливают по 5 см³ аммиака и далее поступают согласно пп. 2.3.1 и 2.3.2.

Растворы, не содержащие кадмия, служат растворами контрольного опыта при построении градуировочного графика.

По полученным значениям высоты волны и соответствующим им массам кадмия строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю кадмия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m — масса кадмия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески пробы, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кадмия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,005 до 0,015 включ.	0,002	0,003
Св. 0,015 » 0,045 »	0,004	0,005
» 0,045 » 0,100 »	0,006	0,008
» 0,10 » 0,25 »	0,01	0,02
» 0,25 » 0,50 »	0,02	0,03
» 0,50 » 1,00 »	0,04	0,05

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерении атомной абсорбции кадмия при длине волны 228,8 нм в пламени ацетилен-воздух.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для кадмия.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см³, раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см³ и раствор 1:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 1 г/дм³.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 20 г/дм³: 10 г алюминия помещают в стакан вместимостью 500 см³, добавляют 50 см³ воды и затем небольшими порциями 300 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при умеренном нагревании, добавляя 1 см³ раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Кадмий по ГОСТ 22860 марки Кд000.

Стандартные растворы кадмия

Раствор А: 0,5 г кадмия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ раствора азотной кислоты, 25 см³ раствора соляной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. Раствор кипятят для удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г кадмия.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г кадмия.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают приблизительно 10 см³ воды и затем небольшими порциями 25 см³ раствора соляной кислоты. Колбу накрывают часовым стеклом, нагревают до полного растворения навески, добавляют 3—5 капель пероксида водорода и кипятят раствор в течение 3 мин.

Часовое стекло и стенки колбы ополаскивают водой. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.2. При массовой доле кремния менее 1% раствор, если он не прозрачен, фильтруют через сухой фильтр средней плотности («белая лента») в стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

3.3.3. В зависимости от массовой доли кадмия согласно табл. 3 отбирают аликвотную часть раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Массовая доля кадмия, %	Объем аликвотной части раствора, см³	Масса навески пробы в аликвотной части раствора, г
От 0,01 до 0,1 включ.	Весь раствор	0,5
Св. 0,1 » 1,0 »	10	0,05

3.3.4. Раствор контрольного опыта готовят согласно пп. 3.3.1, 3.3.2 и 3.3.3, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

3.3.5. *Построение градуировочных графиков*

3.3.5.1. При массовой доле кадмия от 0,01 до 0,1% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г кадмия.

3.3.5.2. При массовой доле кадмия свыше 0,1 до 1,0% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 2,5 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г кадмия.

3.3.5.3. К растворам в колбах по пп. 3.3.5.1 и 3.3.5.2 добавляют по 5 см³ раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.6. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию кадмия при длине волны 228,8 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям кадмия строят градуировочный график.

Массовую концентрацию кадмия в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю кадмия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (2)$$

где C_1 — массовая концентрация кадмия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — массовая концентрация кадмия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы или масса навески в соответствующей аликвотной части раствора пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля кадмия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,025 включ.	0,003	0,005
Св 0,025 » 0,050 »	0,005	0,008
» 0,050 » 0,100 »	0,008	0,010
» 0,100 » 0,250 »	0,015	0,020
» 0,25 » 0,50 »	0,02	0,03
» 0,50 » 1,00 »	0,04	0,05

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; **В. А. Мошкин**, канд. техн. наук; **Г. И. Фридман**, канд. техн. наук; **Л. А. Тенякова**; **М. Н. Горлова**, канд. хим. наук; **О. Л. Скорская**, канд. хим. наук; **Н. А. Персашвили**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.06.90 № 1961

3. Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 11739.9—78

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 195—77	2.2	ГОСТ 4461—77	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2	ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 3760—79	2.2	ГОСТ 10929—76	2.2; 3.2
ГОСТ 3773—72	2.2	ГОСТ 11069—74	2.2; 3.2
ГОСТ 4038—79	3.2	ГОСТ 22860—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1

gost.e-ecolog.ru