УДК 669.55 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы определения кадмия

Zinc alloys. Methods for the determination of cadmium

ГОСТ 25284.5—82

(СТ СЭВ 2933—81)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1982 г. № 2159 срок действия установлен

с 01.01. 1983 г.
до 01.01. 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный, полярографический и комплексонометрический методы определения кадмия при массовой доле его от 0,001 до 0,03%.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2933—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25284.5—82.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением раствора перекиси водорода и измерении атомной абсорбции кадмия в пламени ацетилен—воздух при длине волны 228,8 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для кадмия.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, растворы 1 : 1 и 2 н.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Кадмий металлический по ГОСТ 1467—77.

Стандартные растворы кадмия.

Раствор А: 0,5000 г кадмия растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

1 см³ раствора А содержит 1 мг кадмия.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг кадмия.

Раствор В: 10 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,01 мг кадмия.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 5 г помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1). После растворения добавляют 5 см³ раствора перекиси водорода и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. При массовой доле кадмия до 0,01 % отмеряют 50 см³ раствора, а при массовой доле кадмия свыше 0,01 %—20 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию кадмия в пламени ацетилен—воздух при длине волны 228,8 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика и раствором контрольного опыта.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в восемь из девяти мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят: 1,0; 2,5; 5,0 и 10,0 см³ стандартного раствора В и 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора Б. В каждую колбу добавляют по 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им содержаниям кадмия строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

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

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

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

V — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля кадмия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,003	0,0003
Св. 0,003 „ 0,01	0,0007
„ 0,01 „ 0,03	0,001

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением раствора перекиси водорода, выделении меди при помощи салицилальдоксима и полярографическом определении кадмия в пределах потенциалов от минус 0,5 до минус 0,9 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф со всеми принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 1 : 1.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Калий хлорнокислый ($KClO_3$) раствор, насыщенный при комнатной температуре.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Салицилальдоксим, раствор: 4 г салицилальдоксима растворяют в 40 см³ этилового спирта и, перемешивая, добавляют 50 см³ воды, нагретой до температуры 80°С.

Раствор для промывания: 5 см³ раствора салицилальдоксима разбавляют водой до объема 1000 см³.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74.

Азот газообразный по ГОСТ 9293—74.

Кадмий металлический по ГОСТ 1467—77.

Стандартные растворы кадмия.

Раствор А: 0,5000 г кадмия растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты в стакане вместимостью 100 см³. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг кадмия.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг кадмия.

3.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 5 г помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты. После растворения добавляют 5 см³ раствора перекиси водорода и выпаривают до сиропообразного состояния. При массовой доле меди до 0,05% добавляют 5 см³ воды, встряхивают до полного раство-

рения, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают водой до метки и перемешивают. При массовой доле меди свыше 0,05% добавляют 125 см³ воды и нагревают до полного растворения солей. В зависимости от массовой доли меди добавляют 10—15 см³ раствора салицилальдоксима и оставляют на 30 мин, периодически перемешивая раствор.

Осадок фильтруют и промывают несколько раз раствором для промывания. Фильтрат выпаривают до объема 30 см³, переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³, промывая стакан 20 см³ воды и экстрагируют дважды, добавляя по 25 см³ хлороформа и встряхивая каждый раз по 1 мин. Органический слой отбрасывают, а водный слой переносят в стакан вместимостью 100 см³ и выпаривают до сиропообразного состояния. Добавляют 2,5 см³ раствора хлорнокислого калия, стакан накрывают часовым стеклом и выпаривают до сиропообразного состояния (не выпаривать досуха). Добавляют 2,5 см³ раствора хлорнокислого калия и вновь выпаривают до сиропообразного состояния. Затем снимают часовое стекло, обмывают его водой, добавляют 5 см³ соляной кислоты и выпаривают до сиропообразного состояния. Вновь добавляют 5 см³ соляной кислоты и выпаривание повторяют. Добавляют 5 см³ воды, встряхивают до полного растворения, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Часть раствора переносят в ячейку полярографа, продувают азотом в течение 10 мин и при соответствующей чувствительности регистрируют волну в пределе потенциалов от минус 0,5 до минус 0,9 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. Параллельно проводят анализ пробы с добавлением такого объема стандартного раствора, чтобы высота волны, соответствующая этой добавке ($H—h$), находилась в пределах 0,8—1,2 высоты волны анализируемой пробы.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{h \cdot m_1 \cdot 100}{(H—h) \cdot m},$$

где h — высота волны кадмия в растворе пробы, мм;

H — высота волны кадмия в растворе пробы с добавлением стандартного раствора, мм;

m_1 — масса кадмия в добавленном объеме стандартного раствора, г;

m — масса навески пробы, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения кадмия с динатриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты. Для установления конечной точки титрования применяется индикатор — кислотный хром темно-синий.

Кадмий отделяют от остальных элементов сплава осаждением в виде тетрабромкадмионата диантипирилметана.

4.2. Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и растворы 1 : 6 и 0,1 н.

Диантипирилметан.

Калий бромистый и 10%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и 10%-ный раствор.

Кадмий по ГОСТ 1467—77.

Промывная жидкость I, содержащая 10 см^3 серной кислоты, 20 г бромистого калия и 10 г диантипирилметана в 1000 см^3 воды.

Промывная жидкость II, содержащая 10 см^3 соляной кислоты, 5 г бромистого калия и 3 г диантипирилметана в 1000 см^3 воды.

Раствор кадмия 0,002 М: 0,2248 г растертого в порошок кадмия растворяют в 20 см^3 серной кислоты с добавкой нескольких капель азотной кислоты, упаривают до паров серного ангидрида, охлаждают, растворяют осадок в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Индикатор кислотный хром темно-синий, 0,5%-ный водный раствор.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б), 0,002 М раствор: 8 г соли растворяют в воде, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Затем точно отмеренные 100 см^3 0,02М раствора трилона Б помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Устанавливают титр раствора: помещают 20 см^3 раствора кадмия в коническую колбу, добавляют 100 см^3 воды, водного аммиака до pH 10, 3 капли индикатора кислотного хрома темно-синего и титруют раствором трилона Б до перехода розовой окраски в сине-фиолетовую.

Титр раствора трилона Б (T), выраженный в граммах кадмия на см^3 раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0{,}0002248 \cdot V}{V_1},$$

где 0,0002248 — масса кадмия, содержащаяся в 1 см^3 0,002 М раствора, г;

V — объем (20,0 см³) 0,002 М раствора кадмия, см³;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

4.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 10 г растворяют в 50 см³ раствора серной кислоты (1 : 6) сначала на холоде, затем при нагревании до полного растворения сплава и частичного растворения меди. Нерастворившуюся губчатую медь отфильтровывают через фильтр средней плотности. Осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячей водой. Фильтрат и промывные воды, объем которых не должен превышать 70—80 см³, нагревают до кипения, добавляют 0,5 г диантипирилметана, после растворения которого добавляют 20 см³ предварительно нагретого до 70°С раствора бромистого калия и оставляют на 3—4 ч для осаждения комплексного соединения кадмия.

Осадок в виде блестящих шелковистых игл отфильтровывают через два фильтра средней плотности и переосаждают для более полного отделения от солей цинка. Для этого растворяют осадок на фильтре горячим 0,1 н. раствором серной кислоты, собирают раствор в стакан, в котором проводилось осаждение, нагревают раствор до кипения, добавляют 0,5 г диантипирилметана, 15 см³ горячего раствора бромистого калия и оставляют на ночь для полноты осаждения комплекса кадмия. Отфильтровывают осадок через два фильтра средней плотности, промывают стакан и осадок на фильтре 4—5 раз (по 3—4 см³) промывной жидкостью I, затем 2 раза промывной жидкостью II.

Осадок растворяют на фильтре 50 см³ 10%-ного раствора аммиака, собирают раствор в коническую колбу вместимостью 250 см³, нагревают до кипения, обмывают стенки колбы водой, добавляют 3—4 капли индикатора и титруют раствором трилона Б до перехода розовой окраски раствора в сине-фиолетовую.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю кадмия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где T — титр раствора трилона Б, выраженный в граммах кадмия на 1 см³;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Изменение № 1 ГОСТ 25284.5—82 Сплавы цинковые. Методы определения кадмия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.06.87 № 2795

Дата введения 01.03.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить слова: «2 н. раствор» на «раствор 2 моль/дм^3».

Пункт 1.1. Заменить значение и ссылку: 2 н. на 2 моль/дм^3, ГОСТ 25284.5—82 на ГОСТ 25284.0—82.

(Продолжение см. с. 166)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25284.5—82)

Пункт 2.2. Седьмой абзац. Заменить значение: 50 $см^3$ на 500 $см^3$.

Пункт 2.4.1. Экспликация к формуле. Заменить слова: «*V* — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, $см^3$» на «*V* — объем раствора пробы, $см^3$».

Пункт 4.2. Заменить значение: 0,1 н. на «концентрации c $(1/2H_2SO_4)$ = =0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.)»; «0,002 М раствора» на «раствор с молярной концентрацией 0,002 моль/$дм^3$» (4 раза); «0,02 М раствора» на «раствора с молярной концентрацией 0,02 моль/$дм^3$».

Пункт 4.3. Заменить слова: «средней плотности» на «белая лента» (3 раза), «0,1 н. раствором серной кислоты» на «раствором серной кислоты 0,1 моль/$дм^3$».

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru