Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Методы определения кадмия

Magnesium alloys.
Methods for determination of cadmium

ГОСТ 3240.6—76

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает полярографический и атомно-абсорбционный методы определения кадмия (при массовой доле кадмия от 0,02 до 2 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 3240.0.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КАДМИЯ

2.1. Метод основан на восстановлении кадмия на ртутном капающем электроде на аммиачном электролитном фоне в области потенциалов от минус 0,6 до минус 0,8 В.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Осциллографический полярограф типа ОП-2 или прибор другого типа.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195.

Электролитный фон; готовят следующим образом: в 500 $см^3$ горячей воды растворяют последовательно 100 $см^3$ аммиака, 50 г безводной соли сернистокислого натрия и 100 г хлористого аммония, перемешивают и фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, после чего охлаждают. Затем к фильтрату добавляют 170 $см^3$ аммиака и доводят водой до метки.

Кадмий по ГОСТ 1467.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804 в виде стружки.

Стандартный раствор кадмия; готовят следующим образом: 1 г кадмия чистоты 99,9 % растворяют в 20 $см^3$ соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг кадмия.

2.1; 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава в зависимости от массовой доли кадмия (табл. 1) растворяют в 20 $см^3$ соляной кислоты и переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$. Раствор доливают до метки электролитным фоном, перемешивают и полярографируют при потенциале от минус 0,6 до минус 0,8 В.

Массовую долю кадмия находят по добавкам или по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Таблица 1

Массовая доля кадмия, %	Масса навески, г
От 0,02 до 0,1	1,0
Св. 0,1 » 1	0,5
» 1 » 2	0,25

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

2.3.2. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов помещают по 1 г чистого магния, растворяют в 20 $см^3$ соляной кислоты, добавляют 1—2 $см^3$ раствора надсернокислого аммония, выпаривают до получения влажных солей, растворяют соли в 10 $см^3$ соляной кислоты и переводят растворы в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$. Приливают из бюретки 0; 0,2; 0,6; 0,8; 1,0; 2,0 и 3,0 $см^3$ стандартного раствора кадмия. Раствор разбавляют до метки электролитным фоном, перемешивают и полярографируют.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot H \cdot 100}{(H_1 - H) \cdot m},$$

где H — высота волны исследуемого раствора, мм;

H_1 — высота волны исследуемого раствора с добавкой стандартного раствора кадмия, мм;

m_1 — масса кадмия, соответствующая взятой стандартной добавке, г;

m — масса навески сплава, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.1а. Массовую долю кадмия (X_1) в процентах по градуировочному графику вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{H \cdot V \cdot 100}{K \cdot m \cdot 10^6},$$

где H — высота волны испытуемого раствора, мм;

V — общий объем раствора, $см^3$;

K — отношение высоты стандартного раствора в мм к концентрации кадмия в $мг/дм^3$;

m — масса навески сплава, г.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кадмия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,02 до 0,05	0,002
Св. 0,05 » 0,10	0,005
» 0,10 » 0,3	0,01
» 0,3 » 0,8	0,04
» 0,8 » 2,0	0,10

2.5 Контроль точности измерений

Для контроля точности измерений массовой доли кадмия от 0,02 до 2 % используют государственные стандартные образцы магниевых сплавов, а также отраслевые стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315. Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли кадмия методом добавок.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КАДМИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии азотной кислоты и последующем измерении атомной абсорбции кадмия при длине волны 228,8 нм в пламени ацетилен — воздух. Высота фотометрируемого участка пламени 1 см. Компоненты магниевых сплавов, а также примеси на результаты определений не влияют, однако, для идентификации условий распыления анализируемых и градуировочных растворов необходимо примерное уравнивание содержания кислот и основы сплава.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Магний хлористый, раствор; готовят следующим образом: 50 г магния марки Мг96 по ГОСТ 804 растворяют в 800 $см^3$ соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,05 г магния.

Стандартные растворы хлористого кадмия.

Раствор А; готовят следующим образом: 1 г кадмия высокой чистоты по ГОСТ 1467 растворяют при нагревании в 25 $см^3$ азотной кислоты, добавляют 50 $см^3$ соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и разбавляют водой до метки.

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг кадмия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 100 $см^3$ раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 мг кадмия.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 $см^3$, растворяют в 30 $см^3$ раствора соляной кислоты, добавляют 5—10 капель азотной кислоты и кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до метки, перемешивают и проводят разбавление в соответствии с табл. 3.

Параллельно пробе проводят анализ контрольного опыта.

Таблица 3

Массовая доля кадмия, %	Разбавление раствора, $см^3/см^3$
От 0,02 до 0,15	Весь раствор
Св. 0,15 » 1,0	10/100
» 1,0 » 2,0	5/100

Измеряют атомную абсорбцию кадмия в растворе пробы, растворе контрольного опыта и растворах для построения градуировочного графика на атомно-абсорбционном спектрофотометре относительно дистиллированной воды при длине волны 228,8 нм в пламени ацетилен — воздух.

Концентрацию кадмия в пробе и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика при массовой доле кадмия от 0,02 до 0,15 % в серию мерных колб вместимостью 100 $см^3$ вводят по 20 $см^3$ раствора магниевых, а также 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 15,0 $см^3$ раствора Б, что соответствует 0; 0,10; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,00; 1,20 и 1,50 мг кадмия.

При массовой доле кадмия от 0,15 до 1,00 % в серию мерных колб вместимостью 100 $см^3$ вводят по 2 $см^3$ раствора магния, а также 0; 0,15; 0,20; 0,40; 0,80 и 1,00 мг кадмия, что соответствует количеству раствора Б 0; 1,5; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 $см^3$.

При массовой доле кадмия от 1,0 до 2,0 % в серию мерных колб вместимостью 100 $см^3$ вводят по 1 $см^3$ раствора магния, а также 0; 5,0; 6,0; 8,0 и 10,0 $см^3$ раствора Б, что соответствует 0; 0,5; 0,6; 0,8 и 1,0 мг кадмия.

Растворы для градуирования доливают водой до метки, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию кадмия согласно п. 3.3.1.

Из полученных значений атомной абсорбции растворов, содержащих стандартный раствор, вычитают значение атомной абсорбции раствора, не содержащего стандартного раствора, и по полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им содержаниям кадмия строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса кадмия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 — масса кадмия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, взятая для спектрофотометрирования, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля кадмия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,02 до 0,05	0,0015
Св. 0,05 » 0,15	0,005
» 0,15 » 0,40	0,01
» 0,4 » 1,0	0,02
» 1,0 » 2,0	0,04

3.1—3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.5. Контроль точности измерений

Контроль точности измерений проводят по п. 2.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.76 № 2889

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.315—97	2.5	ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 195—77	2.2	ГОСТ 3773—72	2.2
ГОСТ 804—93	2.2, 3.2	ГОСТ 4461—77	3.2
ГОСТ 1467—93	2.2, 3.2	ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2	ГОСТ 25086—87	2.5
ГОСТ 3240.0—76	1.1		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 11—87)

gost.e-ecolog.ru