ГОСТ 25284.5—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ

Издание официальное

Б3 7—97

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Донецким государственным институтом цветных металлов (ДонИЦМ); Межгосударственным техническим комитетом МТК 107

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 МГС от 26 апреля 1995 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 2 июня 1997 г. № 204 межгосударственный стандарт ГОСТ 25284.5—95 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1998 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 25284.5—82

© ИПК Издательство стандартов, 1997

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы определения кадмия

Zinc alloys.
Methods for determination of cadmium

Дата введения 1998—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на цинковые сплавы и устанавливает атомно-абсорбционный, комплексонометрический и полярографический методы определения кадмия при массовой доле его от 0,001 до 0,03 % в пробах этих сплавов.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1467—93 Кадмий. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4160—74 Калий бромистый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 25284.0—95 Сплавы цинковые. Общие требования к методам анализа

Издание официальное

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25284.0.

4 АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1 Сущность метода

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

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1, и раствор 2 моль/дм^3.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Кадмий металлический по ГОСТ 1467.

Стандартные растворы кадмия

Раствор А: 0,5 г кадмия растворяют в 20 см^3 раствора азотной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,001 г кадмия.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 раствора (2 моль/дм^3) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г кадмия.

Раствор В: 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 раствора (2 моль/дм^3) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,00001 г кадмия.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см^3, добавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. После прекращения реакции растворения добавляют 1 см^3 пероксида водорода и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.2 При массовой доле кадмия свыше 0,01 % из раствора, полученного в соответствии с 4.3.1, отбирают аликвотную часть 25 см^3, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.3 Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью 50 см^3 каждая вводят 1,0; 3,0; 6,0; 9,0; 12,0 и 15,0 см^3 стандартного раствора В. В каждую колбу добавляют по 5 см^3 раствора (2 моль/дм^3) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор, в который не добавлен кадмий, служит раствором контрольного опыта.

4.3.4. Растворы пробы, полученные в соответствии с 4.3.1 и 4.3.2, 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 значениям массовой концентрации строят градуировочный график в координатах: значение атомной абсорбции — массовая концентрация, г/см^3.

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

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю кадмия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (1)$$

где c_1 — массовая концентрация кадмия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

c_2 — массовая концентрация кадмия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V=50 — объем раствора пробы, подготовленного для измерения атомной абсорбции кадмия, см^3;

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

4.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля кадмия	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений кадмия	результатов анализа кадмия
От 0,001 до 0,003 включ.	0,00025	0,0005
Св. 0,003 » 0,01 »	0,0006	0,0012
» 0,01 » 0,03 »	0,0008	0,0017

5 КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

5.1 Сущность метода

Метод основан на растворении сплава в растворе серной кислоты, отделении кадмия от остальных мешающих компонентов в виде тетрабромкадмионата диантипирилметана и титровании кадмия динатриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты в присутствии кислотного хрома темно-синего.

5.2 Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 6, и раствор 0,05 моль/дм^3.

Диантипирилметан по нормативной документации.

Калия бромид по ГОСТ 4160, раствор 100 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 2 : 3.

Промывная жидкость I, содержащая 10 см^3 серной кислоты, 20 г бромида калия и 10 г диантипирилметана в 1 дм^3 воды.

Промывная жидкость II, содержащая 10 см^3 соляной кислоты, 5 г бромида калия и 3 г диантипирилметана в 1 дм^3 воды.

Кадмий по ГОСТ 1467.

Стандартный раствор кадмия

0,2248 г растертого в порошок кадмия растворяют в 20 см^3 серной кислоты с добавкой нескольких капель азотной кислоты, упаривают до паров оксида серы (IV), охлаждают, растворяют осадок в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,0002248 г кадмия.

Кислотный хром темно-синий по нормативной документации, раствор 5 г/дм^3.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,002 моль/дм^3: 7,44 г соли растворяют в воде, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки водой и перемешивают. Затем 100 см^3 полученного раствора трилона Б помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Для установления массовой концентрации раствора трилона Б 20 см^3 стандартного раствора кадмия помещают в коническую колбу, добавляют 100 см^3 воды, устанавливают аммиаком pH 10, добавляют 3 капли кислотного хрома темно-синего и титруют раствором трилона Б до перехода розовой окраски в сине-фиолетовую.

Массовую концентрацию T трилона Б, выраженную в граммах кадмия в 1 см^3 раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0{,}0002248 \cdot V}{V_1}, \qquad (2)$$

где 0,0002248 — массовая концентрация кадмия в стандартном растворе, г/см^3;

V — объем (20 см^3) стандартного раствора кадмия, см^3;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, см^3.

5.3 Проведение анализа

Навеску сплава массой 10 г растворяют в 50 см^3 раствора серной кислоты (1 : 6) сначала на холоде, а затем при нагревании. Нерастворившуюся губчатую медь отфильтровывают через фильтр средней плотности («белая лента»). Осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячей водой. Фильтрат и промывные воды, объем которых не должен превышать 70—80 см^3, нагревают до кипения, добавляют 0,5 г диантипирилметана, после растворения которого добавляют 20 см^3 предварительно нагретого до 70 °С раствора бромида 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 раствором (0,05 моль/дм^3) серной кислоты, собирают раствор в стакан, в котором проводили осаждение, нагревают

раствор до кипения, добавляют 0,5 г диантипирилметана, 15 см^3 горячего раствора бромида калия и оставляют на ночь. Осадок отфильтровывают через двойной фильтр средней плотности, промывают стакан и осадок на фильтре 4—5 раз (по 3—4 см^3) промывной жидкостью I, затем 2 раза промывают жидкостью II.

Осадок растворяют на фильтре в 50 см^3 раствора аммиака (2 : 3), собирают раствор в коническую колбу вместимостью 250 см^3, нагревают до кипения, обмывают стенки колбы водой, добавляют 3—4 капли кислотного хрома темно-синего и титруют раствором трилона Б до перехода розовой окраски в сине-фиолетовую.

При массовой доле кадмия менее 0,02 % для титрования используют микробюретку.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю кадмия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{T \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (3)$$

где T — массовая концентрация трилона Б, выраженная в граммах кадмия в 1 см^3 раствора, г/см^3;

V — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, г.

5.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

6 ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

6.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, отделении 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.

6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 1 : 1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Калия перхлорат по нормативной документации, раствор, насыщенный при комнатной температуре.

Этанол ректификованный технический — по ГОСТ 18300.

Салицилальдоксим по нормативной документации, раствор: 4 г салицилальдоксима растворяют в 40 $см^3$ этанола и, перемешивая, добавляют 50 $см^3$ воды, нагретой до 80°С.

Раствор для промывания: 5 $см^3$ раствора салицилальдоксима разбавляют водой до объема 1 $дм^3$.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Кадмий металлический по ГОСТ 1467.

Стандартные растворы кадмия

Раствор А: готовят в соответствии с 4.2.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,001 г кадмия.

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,0001 г кадмия.

6.3 Проведение анализа

Навеску сплава массой 5 г помещают в стакан вместимостью 600 $см^3$ и растворяют в 50 $см^3$ раствора соляной кислоты. После растворения добавляют 5 $см^3$ пероксида водорода и выпаривают до сиропообразного состояния.

При массовой доле меди до 0,05 % добавляют 5 $см^3$ воды, встряхивают до полного растворения солей, переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают. При массовой доле меди свыше 0,05 % добавляют 125 $см^3$ воды и нагревают до полного растворения солей. В зависимости от массовой доли меди добавляют 10—15 $см^3$ раствора салицилальдоксима и оставляют на 30 мин, периодически перемешивая раствор.

Осадок фильтруют и промывают несколько раз раствором для промывания. Фильтрат выпаривают до объема 30 $см^3$, переносят в делительную воронку вместимостью 100 $см^3$, промывая стакан 20 $см^3$ воды, и экстрагируют дважды, добавляя по 25 $см^3$ хлороформа и встряхивая каждый раз по 1 мин. Органический слой отбрасывают, а водный слой переносят в стакан вместимостью 100 $см^3$ и выпаривают до сиропообразного состояния. Добавляют 2,5 $см^3$ раствора перхлората калия, стакан накрывают часовым стеклом и выпаривают до сиропообразного состояния. Добавляют еще 2,5 $см^3$ перхлората калия и вновь выпаривают до сиропообразного состояния. Затем снимают часовое стекло, ополаскивают его водой, добавляют 5 $см^3$ соляной кислоты и выпаривают до сиропообразного состояния.

Вновь добавляют 5 см^3 соляной кислоты и повторяют выпаривание. Добавляют 5 см^3 воды, встряхивают до полного растворения, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Часть раствора переносят в ячейку полярографа, продувают азотом в течение 10 мин и регистрируют волну в пределах потенциалов от минус 0,5 до минус 0,9 В по отношению к каломельному электроду. Параллельно проводят анализ пробы, добавив к раствору такой объем стандартного раствора, чтобы высота волны, соответствующая этой добавке ($H - h$), находилась в пределах 0,8—1,2 высоты волны анализируемой пробы.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю кадмия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{h \cdot m_1}{(H - h) \cdot m} \cdot 100, \qquad (4)$$

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

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

m_1 — масса добавки кадмия, г;

m — масса навески пробы, г.

6.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

УДК 669.55:543.06:006.354 МКС 71.040.40 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: цинковые сплавы, кадмий, атомно-абсорбционный метод, длина волны, комплексонометрический метод, трилон Б, полярографический метод

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.09.97. Подписано в печать 12.11.97.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 307 экз. С990. Зак. 722.

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

gost.e-ecolog.ru