МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения кадмия

Tinless bronze.
Methods for determination of cadmium

ГОСТ 15027.16—86

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.87

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и полярографический методы определения кадмия (при массовой доле кадмия от 0,1 % до 1,5 %) в безоловянных бронзах по ГОСТ 18175.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5005—85.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 при двух параллельных определениях.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

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

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр со всеми принадлежностями.

Источник излучения для кадмия.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 2 моль/дм^3 раствор.

Кадмий марки КдО по ГОСТ 1467.

Стандартные растворы кадмия.

Раствор А: 1 г кадмия растворяют в 30 см^3 раствора азотной кислоты, раствор кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б: 25 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00005 г кадмия.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 20 см^3 раствора азотной кислоты и растворяют на холоде, а затем при нагревании. После растворения раствор кипятят до удаления оксидов азота, разбавляют водой до объема 50 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 1, добавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Таблица 1

Массовая доля кадмия, %	Объем аликвотной части раствора, $см^3$
От 0,1 до 0,8	25
Св. 0,8 » 1,5	10

Измеряют атомную абсорбцию кадмия параллельно в растворе пробы, растворе контрольного опыта и растворах для построения градуировочного графика при длине волны 228,8 нм в пламени ацетилен — воздух. Концентрацию кадмия находят по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В восемь из девяти мерных колб вместимостью по 100 $см^3$ помещают: 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 $см^3$ стандартного раствора Б кадмия, что соответствует 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25; 0,30; 0,35 и 0,40 мг кадмия. Во все колбы добавляют по 10 $см^3$ раствора соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию кадмия непосредственно до и после измерения абсорбции раствора пробы. По полученным значениям 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, $г/см^3$;

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

V — объем конечного раствора пробы, $см^3$;

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

2.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кадмия, %	d, %	D, %
От 0,1 до 0,8 включ.	0,03	0,04
Св. 0,8 » 1,5 »	0,08	0,11

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.2а. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

2.4.2б. Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или сопоставлением результатов, полученных полярографическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.2а, 2.4.2б. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

2.4.3. При разногласиях в оценке качества бронз определение кадмия проводят атомно-абсорбционным методом.

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте, электролитическом выделении меди и полярографическом определении кадмия на аммиачно-хлоридном фоне в интервале потенциалов от минус 0,6 до минус 1,0 В относительно насыщенного каломельного электрода.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф постоянного или переменного тока со всеми принадлежностями.

Электролизная установка постоянного тока.

Платиновые электроды по ГОСТ 6563.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий сернистокислый кристаллический.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293.

Растворы фона:

для полярографа постоянного тока: 100 г хлористого аммония и 50 г сернистокислого натрия растворяют в 500 см^3 воды; 0,5 г желатина растворяют в 50 см^3 горячей воды. После охлаждения соединяют оба раствора, добавляют 100 см^3 раствора аммиака и доливают водой до объема 1000 см^3;

для полярографа переменного тока: 100 г хлористого аммония растворяют в 500 см^3 воды, добавляют 100 см^3 раствора аммиака и доливают водой до объема 1000 см^3.

Растворы готовят перед применением.

Кадмий марки КдО по ГОСТ 1467.

Стандартный раствор кадмия: 1 г кадмия растворяют в 30 см^3 раствора азотной кислоты, раствор кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

3.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 20 см^3 раствора азотной кислоты и растворяют сначала на холоде, а затем при нагревании. После растворения раствор кипятят до удаления оксидов азота, разбавляют водой до объема 150 см^3, добавляют 7 см^3 раствора серной кислоты и выделяют электролитически медь при силе тока 1,5—2,0 А с одновременным перемешиванием раствора. Раствор после электролиза выпаривают до объема 20 см^3, охлаждают, нейтрализуют раствором аммиака по бумаге конго и добавляют 10 см^3 раствора аммиака в избытке. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 50 см^3 раствора фона и доливают до метки водой. Через 5 мин часть раствора помещают в полярографический сосуд и при соответствующей чувствительности прибора определяют высоту волны кадмия в интервале потенциалов от минус 0,6 до минус 1,0 В. Параллельно определяют высоту волны кадмия в растворе пробы с добавкой стандартного раствора кадмия. Величину стандартной добавки выбирают таким образом, чтобы высота волны кадмия в 1,5—2 раза превышала высоту волны кадмия для раствора пробы.

3.4. Обработка результатов

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

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

где $m_1 = c \cdot V$ — масса кадмия, введенная с объемом (V, см^3) стандартного раствора кадмия с концентрацией (c, г/см^3), г;

h — высота волны кадмия, соответствующая раствору пробы, мм;

H — высота волны кадмия, соответствующая раствору пробы с добавкой стандартного раствора, мм;

m — масса навески пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

3.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.3, 3.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.04.86 № 984

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 1467—93	2.2; 3.2	ГОСТ 5457—75	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 6563—75	3.2
ГОСТ 3760—79	3.2	ГОСТ 11293—89	3.2
ГОСТ 3773—72	3.2	ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 4204—77	3.2	ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.2б, 3.4.4
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2		

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 23.10.91 № 1642

6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1991 г. (ИУС 1—92)

gost.e-ecolog.ru