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

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/см^3;

C_2 — массовая концентрация кадмия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

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 анализ
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