

ГОСТ 25284.5—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ

Издание официальное

БЗ 7—97

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск**

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 Республика Молдова Российская Федерация Украина	Госстандарт Белоруссии Молдовастандарт Госстандарт России 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

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, комплексометрический 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

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/дм³.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Кадмий металлический по ГОСТ 1467.

Стандартные растворы кадмия

Раствор А: 0,5 г кадмия растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты, охлаждают, переносят 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 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора (2 моль/дм³) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г кадмия.

Раствор В: 10 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора (2 моль/дм³) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,00001 г кадмия.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. После прекращения реакции растворения добавляют 1 см³ пероксида водорода и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, 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 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.3 Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью 50 см³ каждая вводят 1,0; 3,0; 6,0; 9,0; 12,0 и 15,0 см³ стандартного раствора В. В каждую колбу добавляют по 5 см³ раствора (2 моль/дм³) 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/см³.

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

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

где c_1 — массовая концентрация кадмия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

c_2 — массовая концентрация кадмия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

$V=50$ — объем раствора пробы, подготовленного для измерения атомной абсорбции кадмия, см³;

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 КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ 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 ди-натриевой 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/дм³.

Диантипирилметан по нормативной документации.

Калия бромид по ГОСТ 4160, раствор 100 г/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 2 : 3.

Промывная жидкость I, содержащая 10 см³ серной кислоты, 20 г бромида калия и 10 г диантипирилметана в 1 дм³ воды.

Промывная жидкость II, содержащая 10 см³ соляной кислоты, 5 г бромида калия и 3 г диантипирилметана в 1 дм³ воды.

Кадмий по ГОСТ 1467.

Стандартный раствор кадмия

0,2248 г растертого в порошок кадмия растворяют в 20 см³ 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 дм³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0002248 г кадмия.

Кислотный хром темно-синий по нормативной документации, раствор 5 г/дм³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,002 моль/дм³: 7,44 г соли растворяют в воде, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают. Затем 100 см³ полученного раствора трилона Б помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают.

Для установления массовой концентрации раствора трилона Б 20 см³ стандартного раствора кадмия помещают в коническую колбу, добавляют 100 см³ воды, устанавливают аммиаком рН 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 см³ раствора, вычисляют по формуле

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

где 0,0002248 — массовая концентрация кадмия в стандартном растворе, г/см³;

V — объем (20 см³) стандартного раствора кадмия, см³;

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

5.3 Проведение анализа

Навеску сплава массой 10 г растворяют в 50 см³ 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 см³, нагревают до кипения, добавляют 0,5 г диантипирилметана, после растворения которого добавляют 20 см³ предварительно нагретого до 70 °С раствора бромиды 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/дм³) серной кислоты, собирают раствор в стакан, в котором проводили осаждение, нагревают

раствор до кипения, добавляют 0,5 г диантипирилметана, 15 см³ 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 см³) промывной жидкостью I, затем 2 раза промывают жидкостью II.

Осадок растворяют на фильтре в 50 см³ раствора аммиака (2 : 3), собирают раствор в коническую колбу вместимостью 250 см³, 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

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

где T — массовая концентрация трилона Б, выраженная в граммах кадмия в 1 см³ раствора, г/см³;

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

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 см³ этанола и, перемешивая, добавляют 50 см³ воды, нагретой до 80°С.

Раствор для промывания: 5 см³ раствора салицилальдоксима разбавляют водой до объема 1 дм³.

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 см³ раствора А содержит 0,001 г 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 0,0001 г кадмия.

6.3 Проведение анализа

Навеску сплава массой 5 г помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты. После растворения добавляют 5 см³ пероксида водорода и выпаривают до сиропообразного состояния.

При массовой доле меди до 0,05 % добавляют 5 см³ воды, встряхивают до полного растворения солей, 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 перхлората калия, стакан накрывают часовым стеклом и выпаривают до сиропообразного состояния. Добавляют еще 2,5 см³ перхлората калия и вновь выпаривают до сиропообразного состояния. Затем снимают часовое стекло, ополаскивают его водой, добавляют 5 см³ соляной кислоты и выпаривают до сиропообразного состояния.

Вновь добавляют 5 см³ соляной кислоты и повторяют выпаривание. 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 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

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

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
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102