

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ**Методы определения кадмия**

Zinc alloys. Methods for the determination
of cadmium

**ГОСТ
25284.5—82
(СТ СЭВ 2933—81)**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1982 г. № 2159 срок действия установлен

с 01.01. 1983 г.
до 01.01. 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный, фотографический и комплексонометрический методы определения кадмия при массовой доле его от 0,001 до 0,03%.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2933—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25284.5—82.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД**2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением раствора перекиси водорода и измерении атомной абсорбции кадмия в пламени ацетилен—воздух при длине волны 228,8 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для кадмия.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, растворы 1:1 и 2 н.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Кадмий металлический по ГОСТ 1467—77.

Стандартные растворы кадмия.

Раствор А: 0,5000 г кадмия растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг кадмия.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг кадмия.

Раствор В: 10 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,01 мг кадмия.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 5 г помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты (1:1). После растворения добавляют 5 см³ раствора перекиси водорода и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. При массовой доле кадмия до 0,01% отмеряют 50 см³ раствора, а при массовой доле кадмия свыше 0,01% — 20 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию кадмия в пламени ацетилен—воздух при длине волны 228,8 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика и раствором контрольного опыта.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в восемь из девяти мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят: 1,0; 2,5; 5,0 и 10,0 см³ стандартного раствора В и 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора Б. В каждую колбу добавляют по 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им содержаниям кадмия 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/см³;

C_2 — концентрация кадмия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, см³;

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

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

Массовая доля кадмия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,003	0,0003
Св. 0,003 „ 0,01	0,0007
„ 0,01 „ 0,03	0,001

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением раствора перекиси водорода, выделении 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.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф со всеми принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 1 : 1.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Калий хлорнокислый (KClO_3) раствор, насыщенный при комнатной температуре.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Салицилальдоксим, раствор: 4 г салицилальдоксима растворяют в 40 см³ этилового спирта и, перемешивая, добавляют 50 см³ воды, нагретой до температуры 80°C.

Раствор для промывания: 5 см³ раствора салицилальдоксима разбавляют водой до объема 1000 см³.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74.

Азот газообразный по ГОСТ 9293—74.

Кадмий металлический по ГОСТ 1467—77.

Стандартные растворы кадмия.

Раствор А: 0,5000 г кадмия растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты в стакане вместимостью 100 см³. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг 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 0,1 мг кадмия.

3.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 5 г помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты. После растворения добавляют 5 см³ раствора перекиси водорода и выпаривают до сиропообразного состояния. При массовой доле меди до 0,05% добавляют 5 см³ воды, встряхивают до полного раство-

рения, 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 хлорнокислого калия, стакан накрывают часовым стеклом и выпаривают до сиропообразного состояния (не выпаривать досуха). Добавляют 2,5 см³ раствора хлорнокислого калия и вновь выпаривают до сиропообразного состояния. Затем снимают часовое стекло, обмывают его водой, добавляют 5 см³ соляной кислоты и выпаривают до сиропообразного состояния. Вновь добавляют 5 см³ соляной кислоты и выпаривание повторяют. 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 при соответствующей чувствительности регистрируют волну в пределе потенциалов от минус 0,5 до минус 0,9 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. Параллельно проводят анализ пробы с добавлением такого объема стандартного раствора, чтобы высота волны, соответствующая этой добавке ($H-h$), находилась в пределах 0,8—1,2 высоты волны анализируемой пробы.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю кадмия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{h \cdot m_1 \cdot 100}{(H-h) \cdot m},$$

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

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

m_1 — масса кадмия в добавленном объеме стандартного раствора, г;

m — масса навески пробы, г.

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

4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения кадмия с динатриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты. Для установления конечной точки титрования применяется индикатор — кислотный хром темно-синий.

Кадмий отделяют от остальных элементов сплава осаждением в виде тетрабромкадмионата диантипирилметана.

4.2. Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и растворы 1:6 и 0,1 н.

Диантипирилметан.

Калий бромистый и 10%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и 10%-ный раствор.

Кадмий по ГОСТ 1467—77.

Промывная жидкость I, содержащая 10 см³ серной кислоты, 20 г бромистого калия и 10 г диантипирилметана в 1000 см³ воды.

Промывная жидкость II, содержащая 10 см³ соляной кислоты, 5 г бромистого калия и 3 г диантипирилметана в 1000 см³ воды.

Раствор кадмия 0,002 М: 0,2248 г растертого в порошок кадмия растворяют в 20 см³ серной кислоты с добавкой нескольких капель азотной кислоты, упаривают до паров серного ангидрида, охлаждают, растворяют осадок в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Индикатор кислотный хром темно-синий, 0,5%-ный водный раствор.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б), 0,002 М раствор: 8 г соли растворяют в воде, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Затем точно отмеренные 100 см³ 0,02М раствора трилона Б помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Устанавливают титр раствора: помещают 20 см³ раствора кадмия в коническую колбу, добавляют 100 см³ воды, водного аммиака до pH 10, 3 капли индикатора кислотного хрома темно-синего и титруют раствором трилона Б до перехода розовой окраски в сине-фиолетовую.

Титр раствора трилона Б (T), выраженный в граммах кадмия на см³ раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0,0002248 \cdot V}{V_1},$$

где 0,0002248 — масса кадмия, содержащаяся в 1 см³ 0,002 М раствора, г;

V — объем (20,0 см³) 0,002 М раствора кадмия, см³;
 V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

4.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 10 г растворяют в 50 см³ раствора серной кислоты (1:6) сначала на холоде, затем при нагревании до полного растворения сплава и частичного растворения меди. Нерастворившуюся губчатую медь отфильтровывают через фильтр средней плотности. 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°C раствора бромистого 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 0,1 н. раствором серной кислоты, собирают раствор в стакан, в котором проводилось осаждение, нагревают раствор до кипения, добавляют 0,5 г диантипирилметана, 15 см³ горячего раствора бромистого калия и оставляют на ночь для полноты осаждения комплекса кадмия. Отфильтровывают осадок через два фильтра средней плотности, промывают стакан и осадок на фильтре 4—5 раз (по 3—4 см³) промывной жидкостью I, затем 2 раза промывной жидкостью II.

Осадок растворяют на фильтре 50 см³ 10%-ного раствора аммиака, собирают раствор в коническую колбу вместимостью 250 см³, нагревают до кипения, обмывают стенки колбы водой, добавляют 3—4 капли индикатора и титруют раствором трилона Б до перехода розовой окраски раствора в сине-фиолетовую.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю кадмия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где T — титр раствора трилона Б, выраженный в граммах кадмия на 1 см³;

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

m — масса навески пробы, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Изменение № 1 ГОСТ 25284.5—82 Сплавы цинковые. Методы определения кадмия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.06.87 № 2795

Дата введения 01.03.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить слова: «2 н. раствор» на «раствор 2 моль/дм³».

Пункт 1.1. Заменить значение и ссылку: 2 н. на 2 моль/дм³, ГОСТ 25284.5—82 на ГОСТ 25284.0—82.

(Продолжение см. с. 166)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25284.5—82)

Пункт 2.2. Седьмой абзац. Заменить значение: 50 см³ на 500 см³.

Пункт 2.4.1. Экспликация к формуле. Заменить слова: « V — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, см³» на « V — объем раствора пробы, см³».

Пункт 4.2. Заменить значение: 0,1 н. на «концентрации с $(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.)»; «0,002 М раствора» на «раствор с молярной концентрацией 0,002 моль/дм³» (4 раза); «0,02 М раствора» на «раствора с молярной концентрацией 0,02 моль/дм³».

Пункт 4.3. Заменить слова: «средней плотности» на «белая лента» (3 раза), «0,1 н. раствором серной кислоты» на «раствором серной кислоты 0,1 моль/дм³».

(ИУС № 11 1987 г.)