

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Методы определения кадмия

Magnesium alloys.
Methods for determination of cadmiumГОСТ
3240.6—76МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает полярографический и атомно-абсорбционный методы определения кадмия (при массовой доле кадмия от 0,02 до 2 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 3240.0.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КАДМИЯ

2.1. Метод основан на восстановлении кадмия на ртутном капаящем электроде на аммиачном электролитном фоне в области потенциалов от минус 0,6 до минус 0,8 В.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Осциллографический полярограф типа ОП-2 или прибор другого типа.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Натрий сернистоокислый по ГОСТ 195.

Электролитный фон; готовят следующим образом: в 500 см³ горячей воды растворяют последовательно 100 см³ аммиака, 50 г безводной соли сернистоокислого натрия и 100 г хлористого аммония, перемешивают и фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³, после чего охлаждают. Затем к фильтрату добавляют 170 см³ аммиака и доводят водой до метки.

Кадмий по ГОСТ 1467.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804 в виде стружки.

Стандартный раствор кадмия; готовят следующим образом: 1 г кадмия чистоты 99,9 % растворяют в 20 см³ соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг кадмия.

2.1; 2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава в зависимости от массовой доли кадмия (табл. 1) растворяют в 20 см³ соляной кислоты и переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³. Раствор доливают до метки электролитным фоном, перемешивают и полярографируют при потенциале от минус 0,6 до минус 0,8 В.

Массовую долю кадмия находят по добавкам или по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Таблица 1

| Массовая доля кадмия, % | Масса навески, г |
|-------------------------|------------------|
| От 0,02 до 0,1 | 1,0 |
| Св. 0,1 » 1 | 0,5 |
| » 1 » 2 | 0,25 |

С. 2 ГОСТ 3240.6—76

2.3.2. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов помещают по 1 г чистого магния, растворяют в 20 см³ соляной кислоты, добавляют 1—2 см³ раствора надсернического аммония, выпаривают до получения влажных солей, растворяют соли в 10 см³ соляной кислоты и переводят растворы в мерные колбы вместимостью 100 см³. Приливают из бюретки 0; 0,2; 0,6; 0,8; 1,0; 2,0 и 3,0 см³ стандартного раствора кадмия. Раствор разбавляют до метки электролитным фоном, перемешивают и полярографируют.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot H \cdot 100}{(H_1 - H) \cdot m},$$

где H — высота волны исследуемого раствора, мм;

H_1 — высота волны исследуемого раствора с добавкой стандартного раствора кадмия, мм;

m_1 — масса кадмия, соответствующая взятой стандартной добавке, г;

m — масса навески сплава, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.1а. Массовую долю кадмия (X_1) в процентах по градуировочному графику вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{H - V \cdot 100}{K \cdot m \cdot 10^6},$$

где H — высота волны испытуемого раствора, мм;

V — общий объем раствора, см³;

K — отношение высоты стандартного раствора в мм к концентрации кадмия в мг/дм³;

m — масса навески сплава, г.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

| Массовая доля кадмия, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |
|-------------------------|---------------------------------------|
| От 0,02 до 0,05 | 0,002 |
| Св. 0,05 * 0,10 | 0,005 |
| » 0,10 * 0,3 | 0,01 |
| » 0,3 * 0,8 | 0,04 |
| » 0,8 * 2,0 | 0,10 |

2.5 Контроль точности измерений

Для контроля точности измерений массовой доли кадмия от 0,02 до 2 % используют государственные стандартные образцы магниевых сплавов, а также отраслевые стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315. Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли кадмия методом добавок.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КАДМИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии азотной кислоты и последующем измерении атомной абсорбции кадмия при длине волны 228,8 нм в пламени ацетилен — воздух. Высота фотометрируемого участка пламени 1 см. Компоненты магниевых сплавов, а также примеси на результаты определений не влияют, однако, для идентификации условий распыления анализируемых и градуировочных растворов необходимо примерное уравнивание содержания кислот и основы сплава.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Магний хлористый, раствор; готовят следующим образом: 50 г магния марки Mg96 по ГОСТ 804 растворяют в 800 см³ соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,05 г магния.

Стандартные растворы хлористого кадмия.

Раствор А; готовят следующим образом: 1 г кадмия высокой чистоты по ГОСТ 1467 растворяют при нагревании в 25 см³ азотной кислоты, добавляют 50 см³ соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и разбавляют водой до метки.

1 см³ раствора содержит 1 мг кадмия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 100 см³ раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг кадмия.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, растворяют в 30 см³ раствора соляной кислоты, добавляют 5—10 капель азотной кислоты и кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки, перемешивают и проводят разбавление в соответствии с табл. 3.

Параллельно пробе проводят анализ контрольного опыта.

Измеряют атомную абсорбцию кадмия в растворе пробы, растворе контрольного опыта и растворах для построения градуировочного графика на атомно-абсорбционном спектрофотометре относительно дистиллированной воды при длине волны 228,8 нм в пламени ацетилен — воздух.

Концентрацию кадмия в пробе и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика при массовой доле кадмия от 0,02 до 0,15 % в серию мерных колб вместимостью 100 см³ вводят по 20 см³ раствора магниевых, а также 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 15,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,10; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,00; 1,20 и 1,50 мг кадмия.

При массовой доле кадмия от 0,15 до 1,00 % в серию мерных колб вместимостью 100 см³ вводят по 2 см³ раствора магния, а также 0; 0,15; 0,20; 0,40; 0,80 и 1,00 мг кадмия, что соответствует количеству раствора Б 0; 1,5; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³.

При массовой доле кадмия от 1,0 до 2,0 % в серию мерных колб вместимостью 100 см³ вводят по 1 см³ раствора магния, а также 0; 5,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,5; 0,6; 0,8 и 1,0 мг кадмия.

Растворы для градуирования доливают водой до метки, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию кадмия согласно п. 3.3.1.

Из полученных значений атомной абсорбции растворов, содержащих стандартный раствор, вычитают значение атомной абсорбции раствора, не содержащего стандартного раствора, и по полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им содержаниям кадмия строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса кадмия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 — масса кадмия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, взятая для спектрофотометрирования, г.

Таблица 3

| Массовая доля кадмия, % | Разбавление раствора, см ³ /см ³ |
|-------------------------|--|
| От 0,02 до 0,15 | Весь раствор |
| Св. 0,15 * 1,0 | 10/100 |
| * 1,0 * 2,0 | 5/100 |

С. 4 ГОСТ 3240.6—76

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

| Массовая доля кадмия, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |
|-------------------------|---------------------------------------|
| От 0,02 до 0,05 | 0,0015 |
| Св. 0,05 » 0,15 | 0,005 |
| » 0,15 » 0,40 | 0,01 |
| » 0,4 » 1,0 | 0,02 |
| » 1,0 » 2,0 | 0,04 |

3.1—3.4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. Контроль точности измерений

Контроль точности измерений проводят по п. 2.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.76 № 2889
3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|--|--------------|--|--------------|
| ГОСТ 8.315—97 | 2.5 | ГОСТ 3760—79 | 2.2 |
| ГОСТ 195—77 | 2.2 | ГОСТ 3773—72 | 2.2 |
| ГОСТ 804—93 | 2.2, 3.2 | ГОСТ 4461—77 | 3.2 |
| ГОСТ 1467—93 | 2.2, 3.2 | ГОСТ 5457—75 | 3.2 |
| ГОСТ 3118—77 | 2.2, 3.2 | ГОСТ 25086—87 | 2.5 |
| ГОСТ 3240.0—76 | 1.1 | | |

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)
6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 11—87)