

ГОСТ 15027.16—86

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ

Издание официальное



БЗ 10—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й   С Т А Н Д А Р Т****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, 2М раствор.

Кадмий марки КдО по ГОСТ 1467.

Стандартные растворы кадмия.

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

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г кадмия.

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

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 1, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля кадмия, %	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>
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<sup>3</sup> помещают: 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;  
 $c_2$  — концентрация кадмия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем конечного раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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 до 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<sup>3</sup> воды; 0,5 г желатина растворяют в 50 см<sup>3</sup> горячей воды. После охлаждения соединяют оба раствора, добавляют 100 см<sup>3</sup> раствора аммиака и доливают водой до объема 1000 см<sup>3</sup>;

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

Растворы готовят перед применением.

Кадмий марки КдО по ГОСТ 1467.

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

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г кадмия.

#### 3.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, добавляют 7 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, охлаждают, нейтрализуют раствором аммиака по бумаге конго и добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора аммиака в избытке. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>) стандартного раствора кадмия с концентрацией ( $c$ , г/см<sup>3</sup>), 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.

#### С. 4 ГОСТ 15027.16—86

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

## РАЗРАБОТЧИКИ

В.Н. Федоров, Ю.М. Лейбов, Ю.М. Дедков, А.Н. Боганова, Е.Я. Нейман, Л.В. Морейская,  
И.А. Воробьева

## 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 пункта, подпункта
ГОСТ 1467—93	2.2; 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 3760—79	3.2
ГОСТ 3773—72	3.2
ГОСТ 4204—77	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 5457—75	2.2
ГОСТ 6563—75	3.2
ГОСТ 11293—89	3.2
ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.26, 3.4.4

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

## 6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1991 г. (ИУС 1—92)

Редактор *М.И. Максимова*  
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*  
Корректор *В.И. Варенцова*  
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.04.99. Подписано в печать 14.05.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,53.  
Тираж 137 экз. С2824. Зак. 405.

---

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