

13938.15-88

13938.15-88



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

# МЕДЬ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА И КАДМИЯ

ГОСТ 13938.15—88

Издание официальное

5 коп. 63 11—88/772



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва

**GOST**  
СТАНДАРТЫ

ГОСТ 13938.15-88, Медь. Методы определения хрома и кадмия  
Copper. Methods for determination of chromium and cadmium

## МЕДЬ

## Методы определения хрома и кадмия

Copper. Methods for determination of chromium  
and cadmiumГОСТ  
13938.15—88

ОКСТУ 1709

Срок действия

с 01.01.1990

до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и полярографический (при массовой доле от 0,00005 до 0,0005%) методы определения хрома, атомно-абсорбционный (при массовой доле 0,00002 до 0,0005%) метод определения кадмия в меди марок М00к, М00б в соответствии с ГОСТ 859.

Методы могут быть применены для определения хрома и кадмия в меди других марок по ГОСТ 859.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа по ГОСТ 22306.

1.2. Отбор и подготовка проб к химическому анализу — по ГОСТ 24231. Способ отбора пробы, масса пробы — по ГОСТ 546, ГОСТ 193.

1.3. Массовую долю хрома и кадмия определяют не менее чем по двум навескам меди. Одновременно с проведением анализа в тех же условиях проводят два контрольных опыта для внесения соответствующей поправки в результат анализа, вычитая значение контрольного опыта из результата определения при анализе пробы.

1.4. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение допускаемого расхождения результатов параллельных определений, указанных в методах анализа.

Издание официальное

★

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1989

1.5. Термины, касающиеся степени нагрева воды (раствора) и продолжительности операций, применяют в соответствии с ГОСТ 27025.

1.6. Контроль правильности результатов анализа осуществляют по стандартным образцам состава меди любой категории или методом добавок по ГОСТ 25086.

Результаты анализа считают правильными, если воспроизведенная массовая доля данного компонента в стандартном образце отличается от аттестованной характеристики не более чем на значение  $0,71D$ , которое приводится в методе анализа.

При использовании метода добавок результаты анализа считаются правильными, если найденное значение добавки отличается от введенного его значения не более чем на  $0,71 \sqrt{D_1^2 + D_2^2}$ , где  $D_1$  и  $D_2$  — допускаемые расхождения двух результатов анализа для пробы и пробы с добавкой соответственно.

1.7. Требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 13938.1.

## 2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА

### 2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения резонансной линии хрома при длине волны 357,9 нм при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух после отделения меди электролизом.

### 2.2. Аппаратура, вспомогательные устройства, посуда

Электролизная установка постоянного тока.

Электроды из платины сетчатые по ГОСТ 6563.

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любого типа.

Лампа с полым катодом на хром.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Компрессор воздушный.

Весы лабораторные аналитические любого типа 2-го класса точности с погрешностью взвешивания по ГОСТ 24104.

Колбы мерные 2—100 (1000)—2 по ГОСТ 1770.

Пробирка мерная П-2—10—0,2 ХС по ГОСТ 1770.

Стакан Н-1—250 (400) ТС по ГОСТ 25336.

Пипетка 7—2—10 по ГОСТ 20292.

### 2.3. Реактивы и растворы

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125 или кислота азотная по ГОСТ 4461 (прокипяченные до удаления оксидов азота или перегнанные в кварцевом аппарате) и разбавленная 1:1.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261 или кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262 или кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, перекристаллизованный и высушенный до постоянной массы при температуре 140—150°C.

Хром по ГОСТ 5905.

Медь по ГОСТ 859.

Хромат калия по ГОСТ 4459.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дополнительно очищенная перегонкой в кварцевом аппарате (или стеклянном приборе) по ГОСТ 4517.

Водорода перекись по ГОСТ 10929 стабилизированная.

Стандартные образцы состава меди с аттестованной характеристикой хрома (кадмия).

## 2.4. Подготовка к анализу

### 2.4.1. Приготовление стандартных растворов

#### Раствор А

Метод 1: навеску двуххромовокислого калия массой 0,2828 г, предварительно перекристаллизованного и высушенного, помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> воды и перемешивают до растворения навески. Затем добавляют 1 см<sup>3</sup> серной кислоты и, после охлаждения, приливают перекись водорода до прекращения бурного выделения газа. Оставляют при комнатной температуре до полного исчезновения желтой окраски (несколько часов). Затем переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг хрома.

Метод 2: навеску хрома массой 0,10 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают до растворения навески на кипящей водяной бане. Затем раствор упаривают до сухих солей, добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и раствор выпаривают до влажных солей. Операцию обработки солей азотной кислотой проводят еще три раза. К влажным солям в стакане приливают 50—70 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки азотной кислотой (1:1) и перемешивают.

От полученного раствора отбирают аликвотную часть 10—20 см<sup>3</sup> и помещают ее в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> для проверки на присутствие в растворе хлорид-иона с помощью азотнокислого серебра. Если в растворе обнаружен хлорид-ион, обработку азотной кислотой пробы хрома повторяют.

Метод 3: навеску хромовокислого калия массой 0,3735 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед применением, его свойства сохраняются в течение одних суток.

**Раствор Б:**

Аликвотную часть 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг хрома.

**2.4.2. Приготовление растворов сравнения**

В пять мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0; 1,0; 2,0; 5,0 и 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мг/дм<sup>3</sup> хрома, разбавляют водой до метки и перемешивают.

**2.4.3. Построение градуировочного графика**

Растворы сравнения распыляют в пламени ацетилен-воздух, регистрируя поглощение при длине волны 357,9 нм всех градуировочных растворов, последовательно от меньшего к большему содержанию и в обратном порядке.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям в растворах строят градуировочный график в прямоугольных координатах. При построении графика используют для каждой точки среднее значение из двух измерений оптической плотности.

**2.5. Проведение анализа**

2.5.1. Масса навески меди и вместимость мерной посуды в зависимости от массовой доли хрома приведены в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля хрома, %	Масса навески, г	Вместимость мерной посуды, см <sup>3</sup>	Масса хрома в растворе сравнения, мг
От 0,00005 до 0,00015 включ.	4,00	10,0	0,4
Св. 0,00015 > 0,0005 >	2,00	10,0	1,0

2.5.2. Навеску меди помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 20—30 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 1), накрывают покровным стеклом и выдерживают без нагревания до прекращения выделения диоксида азота. Затем стекло снимают, обмывают его водой над стаканом, раствор в стакане нагревают до растворения навески.

Приливают воды до объема 200 см<sup>3</sup> и добавляют 5 см<sup>3</sup> серной кислоты (1 : 1). В полученный раствор опускают платиновые сетчатые электроды и подвергают электролизу при плотности тока 2,0—3,0 А/дм<sup>2</sup> и напряжении 2,2—2,5 В при перемешивании. Когда раствор обесцветится, электролиз прекращают. Электроды вынимают и промывают водой, а электролит упаривают при нагревании до сухих солей. Затем растворяют соли в 3—5 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 1) и помещают раствор в мерную пробирку вместимостью

10 см<sup>3</sup> разбавляют до метки водой и перемешивают.

Полученный раствор распыляют в обогащенном воздушно-ацетиленовом пламени одновременно с растворами контрольного опыта и растворами сравнения, регистрируя поглощение при длине волны 357,9 нм. Условия измерения подбирают в соответствии с маркой (моделью) используемого прибора.

Для градуировки прибора применяют растворы сравнения с содержанием хрома 0,1—1,0 мг/дм<sup>3</sup>, используя при этом расширение шкалы самого прибора или самописца к нему.

2.5.3. После определения хрома в анализируемом растворе допускается определение кадмия, распыляя раствор в пламени ацетилен-воздух и измеряя поглощение резонансной линии кадмия при длине волны 228,8 нм. Массу кадмия определяют по градуировочному графику: в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 раствора Б и 2, 5, 10 см<sup>3</sup> раствора А, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мг кадмия. Разбавляют водой до метки и перемешивают. Растворы распыляют в пламени ацетилен-воздух и измеряют поглощение линии кадмия при длине волны 228,8 нм последовательно от меньшего к большему содержанию и в обратном порядке. По полученным данным строят градуировочный график в прямоугольных координатах.

## 2.6. Обработка результатов

2.6.1. Массовую долю хрома ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V}{m \cdot 10000}$$

где  $m_1$  — концентрация хрома в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мг/дм<sup>3</sup>;

$m_2$  — концентрация хрома в растворе контрольного опыта, мг/дм<sup>3</sup>;

$V$  — вместимость мерной пробирки, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески меди, г.

2.6.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать допускаемых расхождений ( $d_n$  — показатель сходимости), значения которых приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля хрома, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	параллельных определений $d_n$	анализов $D$
0,00005	0,00003	0,000035
0,00015	0,00005	0,00007
0,00055	0,00015	0,0002

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей рассчитывают путем линейной интерполяции.

2.6.3. Расхождения результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях, а также в одной лаборатории, но в различных условиях не должны превышать допускаемых расхождений ( $D$  — показатель воспроизводимости) двух результатов анализа, приведенных в табл. 2.

2.6.4. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов состава меди любой категории или методом добавок стандартного раствора хрома в одну из навесок меди перед проведением анализа.

Результаты анализа считают правильными, если воспроизведенная массовая доля данного компонента в стандартном образце отличается от аттестованной характеристики не более, чем на значение  $0,71D$ , приведенное в табл. 2.

При использовании метода добавок результаты анализа считают правильными, если найденное значение добавки отличается от введенного его значения не более, чем на  $0,71\sqrt{D_1^2 + D_2^2}$ , где  $D_1$  и  $D_2$  — допускаемые расхождения двух результатов анализа для пробы и пробы с добавкой соответственно.

### 3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ

3.1. Полярнографический метод (при массовой доле от 0,00002 до 0,0005%)

#### 3.1.1. Сущность метода

Метод основан на полярнографировании раствора, содержащего кадмий, на фоне 1 М хлористого калия, используя анодную инверсионную вольтамперометрию со стационарным ртутным электродом. Потенциал анодного пика минус 0,65 В (относительно насыщенного каломельного электрода).

#### 3.1.2. Аппаратура, вспомогательные устройства, посуда

Полярнограф любой марки, обеспеченный реверсивным линейным сканированием внешнего потенциала.

Ячейка полярнографическая, выполненная из стекла (емкостью 40 см<sup>3</sup>), со стационарным ртутным капельным индикаторным электродом и выносным электродом сравнения (насыщенные каломельный или хлор-серебряный электроды). Допускается применение пленочного ртутного электрода, приготовленного следующим образом: серебряную проволоку вплавляют в стеклянную трубку, непаянную часть проволоки полируют до блеска кусочком серебра и отполированный конец помещают в стакан с металлической ртутью на 1 мин. Амальгамированный электрод вынимают из ртути и осторожно протирают кусочком кальки или тафлона для рав-

номерного распределения ртути на поверхности металла. Электрод тщательно промывают водой.

- Электролизная установка постоянного тока.
- Электроды из платины сетчатые по ГОСТ 6563.
- Колба мерная 2—100 (1000)—2 по ГОСТ 1770.
- Стакан по ГОСТ 19908.
- Стакан Н-1—250 (400) ТС по ГОСТ 25336.
- Пипетка 2—2—10 по ГОСТ 20292.
- Пипетка 4—2—1 по ГОСТ 20292.

### 3.1.3. Реактивы, растворы

Кислота азотная по ГОСТ 11125 или кислота азотная по ГОСТ 4461 (прокипяченная до удаления диоксида азота) разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, раствор 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 М).

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Ртуть металлическая по ГОСТ 4658 марки Р0, не содержащая влаги и очищенная от оксидных пленок следующим образом: 30—50 см<sup>3</sup> ртути переносят из баллона в стакан и медленно фильтруют через двойной сухой фильтр средней плотности, для чего в нижней части фильтра делают иглой маленькое отверстие. Отфильтрованную ртуть немедленно помещают в напорную емкость ртутного капаящего электрода и хранят в плотно закрытой напорной емкости.

Кадмий по ГОСТ 1467 марки Кд0.

Серебро по ГОСТ 6836 или другой нормативно-технической документации.

Вода бидистиллированная, приготовленная по ГОСТ 4517.

Универсальная индикаторная бумага.

### 3.1.4. Подготовка к анализу

Приготовление стандартных растворов кадмия

Раствор А: навеску кадмия массой 0,10 г помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании до удаления диоксида азота. Раствор охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, перемешивают и помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и вновь перемешивают.

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

Раствор Б: отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора А и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг кадмия.

Раствор В: отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора Б и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> соляной



кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают; готовят непосредственно перед проведением анализа;

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

### 3.1.5. Проведение анализа

Навеску меди массой 1,00 г помещают в стакан из кварцевого стекла вместимостью 200 см<sup>3</sup>, добавляют 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, накрывают стакан стеклом (крышкой) и растворяют при нагревании. После растворения навески раствор кипятят 2—3 мин для удаления диоксида азота, охлаждают, разбавляют водой до объема 150 см<sup>3</sup>, добавляют 7 см<sup>3</sup> серной кислоты и проводят электролиз при плотности тока 2—3 А/дм<sup>2</sup> и напряжении 2,2—2,5 В при перемешивании. Когда раствор обесцветится, электролиз прекращают. Electrodes вынимают и промывают водой над стаканом, а электролит упаривают при нагревании до влажных солей. Затем растворяют соли в 3—5 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) и добавляют 15 см<sup>3</sup> раствора хлористого калия, перемешивают до растворения солей и при помощи раствора аммиака устанавливают значение pH ~ 4,5—5 (по универсальной индикаторной бумаге). Раствор переносят в полярографическую ячейку, пропускают через раствор азота в течение 10 мин, после чего устанавливают на полярографе напряжение минус 1,1 В и проводят электролиз в течение 5—10 мин при непрерывном перемешивании раствора азотом или мешалкой.

По истечении времени электролиза перемешивание прекращают, дают раствору успокоиться 10—20 с и снимают полярограмму анодного растворения при линейном изменении напряжения, фиксируя при минус 0,65 В пик анодного растворения кадмия.

Время электролиза и чувствительность прибора выбирают таким образом, чтобы высота регистрируемого пика была не менее 10 мм.

Повторяют процесс электролитического накопления кадмия и регистрацию вольтамперограммы, как указано выше, используя новый ртутный капельный электрод или очищая ртутный пленочный электрод (электрод выдерживают при напряжении 0,05 В в течение 1 мин в непрерывно перемешиваемом растворе, после чего повторяют измерение).

За высоту анодного пика кадмия для анализируемой пробы принимают среднее значение двух последовательных измерений.

Определение кадмия проводят методом добавок, для чего в анализируемый раствор в ячейке добавляют 0,2—0,5 см<sup>3</sup> соответствующего стандартного раствора кадмия. Значение добавки и концентрацию стандартного раствора выбирают таким образом, чтобы высота пика кадмия после измерения добавки увеличилась в 2—2,5 раза.

Раствор перемешивают азотом в течение 1—2 мин и далее проводят измерение, как при определении кадмия в растворе пробы. Одновременно с анализируемым раствором проводят измерение раствора контрольного опыта.

### 3.1.6. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(h_1 - h_2) \cdot m_1 \cdot V \cdot 100}{(h_2 - h_3) \cdot m \cdot 1000},$$

где  $m_1$  — концентрация кадмия в стандартном растворе, мг/см<sup>3</sup>;

$h_3$  — высота анодного пика кадмия в растворе контрольного опыта, мм;

$h_1$  — высота анодного пика кадмия в растворе анализируемой пробы, мм;

$h_2$  — высота анодного пика кадмия после введения добавки в раствор пробы, мм;

$V$  — объем добавки стандартного раствора кадмия, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески меди, г.

3.1.6.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать допускаемых расхождений ( $d_n$  — показатель сходимости), значения которых приведены в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля кадмия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	параллельных определений $d_n$	анализов $D$
0,00002	0,00002	0,00001
0,00005	0,00003	0,00003
0,00015	0,00005	0,00007
0,00045	0,00015	0,0002
0,0006	0,00025	0,0003

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей рассчитывают путем линейной интерполяции.

3.1.6.3. Расхождения результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях, а также в одной лаборатории, но в различных условиях не должны превышать допускаемых расхождений ( $D$  — показатель воспроизводимости) двух результатов анализа, приведенных в табл. 3.

3.1.6.4. Контроль правильности результатов анализа — по п. 2.6.4.

3.2. Атомно-абсорбционный метод (при массовой доле от 0,00005 до 0,0005%)

### 3.2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения резонансной линии кадмия при длине волны 228,8 нм при введении анализируемого раствора в воздушно-ацетиленовое пламя.

### 3.2.2. Аппаратура, вспомогательные устройства, посуда

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любого типа

Лампа с полым катодом на кадмий или безэлектродная разрядная лампа:

Компрессор воздушный.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Стакан высокий (или низкий) вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Пипетки 2—2—10, 2—2—20, 7—2—5, 7—2—10 по ГОСТ 20292.

### 3.2.3. Реактивы и растворы

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125 или кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Медь по ГОСТ 859, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>: навеску меди массой 2,00 г растворяют при нагревании в 15—20 см<sup>3</sup> азотной кислоты до удаления диоксида азота. Охлаждают и помещают раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Кадмий по ГОСТ 1467 марки Кд0.

### 3.2.4. Подготовка к анализу

#### 3.2.4.1. Приготовление стандартных растворов кадмия

Раствор А: навеску кадмия массой 1,00 г растворяют в 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 10 см<sup>3</sup> воды при нагревании до растворения навески и удаления оксидов азота. Затем раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг кадмия.

Раствор Б: отбирают пипеткой 5 см<sup>3</sup> раствора А и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,05 мг кадмия.

Раствор В: отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора Б и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 0,005 мг кадмия.

#### 3.2.4.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают: 0; 0,5; 1,0; 3,0; 5,0; 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,002; 0,005; 0,015; 0,025; 0,050 мг кадмия. Приливают по 50 см<sup>3</sup> раствора меди, разбавляют водой до метки и перемешивают. Градуировочные растворы распыляют в пламени ацетилен-воздух, регистрируя поглощенные линии кадмия при длине волны 228,8 нм, после-

довательно от меньшего к большему содержанию и в обратном порядке.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям кадмия в градуировочных растворах строят график в прямоугольных координатах. При построении графика используют для каждой точки среднее значение измерений оптической плотности.

### 3.2.5. Проведение анализа

Навеску меди массой 1,00 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10—15 см<sup>3</sup> азотной кислоты и оставляют на нагревание до прекращения выделения диоксида азота. Раствор нагревают до растворения навески, добавляют 5 см<sup>3</sup> воды и помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Распыляют раствор в пламени ацетилен-воздух и измеряют поглощение линии кадмия при длине волны 228,8 нм.

Массу кадмия определяют по градуировочному графику.

Условия измерения подбирают в соответствии с использованием прибора.

### 3.2.6. Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{m_1}{m \cdot 10000} \cdot 100$$

где  $m_1$  — масса кадмия, найденная по градуировочному графику, мг/дм<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески меди, г.

3.2.6.2. Расхождения результатов двух параллельных измерений и двух анализов приведены в табл. 2.

3.2.6.3. Контроль правильности результатов анализа проводят по п. 2.6.4.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

## ИСПОЛНИТЕЛИ

Б. М. Рогов, Э. Н. Гадзалов, И. И. Лебедь, Л. И. Игошева, В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Ю. М. Дедков, А. Н. Боганова

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.12.88 № 4374

3. Срок первой проверки — 1994 г.  
Периодичность проверки — 5 лет

## 4. Стандарт соответствует международным стандартам ИСО 4744—84 и ИСО 5960—84

## 5. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

## 6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 193—79	1.2
ГОСТ 546—88	1.2
ГОСТ 859—78	Вводная часть, 2.3, 3.2.3.
ГОСТ 1467—77	3.1.3, 3.2.3
ГОСТ 1770—74	2.2, 3.1.2, 3.2.2
ГОСТ 3118—77	2.3, 3.1.3
ГОСТ 3760—79	3.1.3
ГОСТ 4204—77	2.3, 3.1.3
ГОСТ 4220—75	2.3
ГОСТ 4234—77	3.1.3
ГОСТ 4459—75	2.3
ГОСТ 4461—77	2.3, 3.1.3, 3.2.3.
ГОСТ 4517—87	2.3, 3.1.3
ГОСТ 4658—73	3.1.3
ГОСТ 5457—75	2.2, 3.2.2
ГОСТ 5905—79	2.3
ГОСТ 6563—75	2.2, 3.1.2
ГОСТ 6700—72	2.3
ГОСТ 6836—80	3.1.3
ГОСТ 9293—74	3.1.3
ГОСТ 10929—76	2.3
ГОСТ 11125—84	2.3, 3.1.3, 3.2.3.
ГОСТ 13938.1—78	1.7
ГОСТ 14261—77	2.3
ГОСТ 14262—78	2.3
ГОСТ 19908—80	3.1.2

*Продолжение*

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 20292—74	2.2, 3.1.2, 3.2.2
ГОСТ 22306—77	1.1
ГОСТ 24104—88	2.2
ГОСТ 24231—80	1.2
ГОСТ 25086—87	1.6
ГОСТ 25336—82	2.2, 3.1.2, 3.2.2
ГОСТ 27025—86	1.5

Редактор *В. С. Бабкина*  
 Технический редактор *Г. А. Макарова*  
 Корректор *Г. И. Чуйко*

Сдано в наб. 14.01.89 Подл. в печ. 10.03.89 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. вр.-отт. 0,55 усл.-над. л.  
 Тир. 8000 Цена 5 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,  
 Новопресненский пер., 1. 3.

Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Дарюс и Гарета, 35. Зак. 428.

