
**Сплавы твердые. Определение
содержания свинца и кадмия**

Hardmetals — Determination of lead and cadmium content

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 26482:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/767bd6ea-c90d-4243-9b00-4aa8dcaa03f5/iso-26482-2010>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 26482:2010(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 26482:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/767bd6ea-c90d-4243-9b00-4aa8dcaa03f5/iso-26482-2010>

ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2010

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по соответствующему адресу, указанному ниже, или комитета-члена ISO в стране заявителя.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 26482 разработан Техническим комитетом ISO/TC 119, *Порошковая металлургия*, Подкомитетом SC 4, *Методы отбора проб и испытаний твердых сплавов*.

ISO 26482:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/767bd6ea-c90d-4243-9b00-4aa8dcaa03f5/iso-26482-2010>

Сплавы твердые. Определение содержания свинца и кадмия

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени и спектрометрический метод с индуктивно связанной плазмой для определения содержания свинца и кадмия в твердых сплавах.

Метод применим к продуктам с содержанием свинца и кадмия в диапазоне от 0,000 1 % (массовая доля) до 0,1 % (массовая доля).

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 385, *Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки*

ISO 648, *Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой*

ISO 1042, *Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой*

3 Принцип

Помещают пробу в платиновую чашку или стакан из политетрафторэтилена (PTFE). После диссоциации во фтористоводородной кислоте растворяют осажденную вольфрамовую кислоту раствором гидроксида натрия. Маскируют оставшийся кобальт цианидом калия и селективно разделяют свинец и кадмий дитизоном. Затем разбавляют. Выполняют количественный анализ с применением атомной эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-AES) и атомной абсорбционной спектрометрии (AAS).

4 Реактивы

При анализе, если не указано иначе, используют только реактивы признанного аналитического качества и только дистиллированную или воду эквивалентной чистоты.

4.1 Перхлорная кислота, $\rho = 1,67$ г/мл.

4.2 Азотная кислота (HNO_3), $\rho = 1,40$ г/мл, 69 % – 71 %, разбавленная 1 + 1 водой.

4.3 Фтористоводородная кислота, 40 % (массовая доля), $\rho = 1,14$ г/мл или 50 % ((массовая доля), $\rho = 1,17$ г/мл.

4.4 Цитрат аммония, раствор концентрацией 250 г/л.

4.5 Гидроксид натрия, раствор концентрацией 250 г/л.

4.6 Цианид калия, 100 г/л.

4.7 Раствор аммиака.

4.8 Дитизон, в хлороформе, 0,02 %.

Растворяют 0,2 г дитизона в 1 000 мл хлороформа. Используют свежеприготовленный раствор или хранят в склянке из коричневого стекла.

4.9 Дитизон, в хлороформе, 0,005 %.

Растворяют 0,05 г дитизона в 1 000 мл хлороформа. Используют свежеприготовленный раствор или хранят в склянке из коричневого стекла.

4.10 Основной стандартный раствор свинца, $\rho_{\text{Pb(II)}} = 1$ мг/мл.

Взвешивают с точностью до 0,000 1 г 0,5 г свинца высокой степени чистоты [мин. 99,95 % (массовая доля)] и растворяют в 30 мл азотной кислоты (1 + 1) (4.2). Охлаждают и количественно переносят раствор в калиброванную мерную колбу с одной меткой вместимостью 500 мл. Выдерживают колбу при той же температуре, при которой она была калибрована. Разбавляют до метки водой и перемешивают. Можно покупать и использовать сертифицированные основные растворы.

4.11 Основной стандартный раствор кадмия, $\rho_{\text{Cd(II)}} = 1$ мг/мл.

Взвешивают с точностью до 0,000 1 г 0,5 г кадмия высокой степени чистоты [мин. 99,95 % (массовая доля)] и растворяют в 30 мл азотной кислоты (1 + 1) (4.2). Охлаждают и количественно переносят раствор в калиброванную мерную колбу с одной меткой вместимостью 500 мл. Выдерживают колбу при той же температуре, при которой она была калибрована. Разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.12 Смешанный стандартный раствор аналита, $\rho_{\text{Pb(II)}} 100$ мкг/мл; $\rho_{\text{Cd(II)}} 100$ мкг/мл.

В мерную колбу с одной меткой вместимостью 250 мл, содержащую 30 мл концентрированной азотной кислоты, с помощью бюретки добавляют точно по 25 мл каждого из основных стандартных растворов Pb и Cd концентрацией 1 000 мг/л (4.10 и 4.11). Доводят до метки водой и перемешивают.

5 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и в частности следующая.

5.1 Атомный эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ICP-AES).

Используемый спектрометр ICP-AES будет удовлетворять необходимым требованиям после оптимизации согласно инструкциям производителя.

5.2 Пламенный атомный абсорбционный спектрометр (FAAS).

Используемый спектрометр FAAS будет удовлетворять необходимым требованиям после оптимизации согласно инструкциям производителя.

5.3 Бюретка, вместимостью 50 мл, согласно ISO 385, класс А.

5.4 Пипетка, вместимостью 1 мл, 3 мл, 5 мл, 25 мл согласно ISO 648, класс А.

5.5 Мерные колбы с одной меткой, вместимостью 100 мл, 250 мл, 500 мл согласно ISO 1042, класс А.

5.6 Стакан, вместимостью 250 мл, 1 000 мл, изготовленный из кварцевого или боросиликатного стекла.

5.7 Платиновая чашка, вместимостью 50 мл, 100 мл.

5.8 Стакан из политетрафторэтилена (PTFE), вместимостью 50 мл, 100 мл.

6 Методика

6.1 Проба для анализа

Взвешивают с точностью до 0,000 1 г 1 г пробы для испытания и переносят ее в платиновую чашку. Смывают пробу на дно чашки, смачивая ободок чашки с помощью промывалки с дистиллированной водой.

6.2 Разложение и экстрагирование

Добавляют 15 мл азотной кислоты (4.2) и 5 мл раствора фтористоводородной кислоты (4.3) и встряхивают до прекращения выделения газообразных оксидов азота NO_x (красно-коричневого цвета). Нагревают до полной диссоциации. Регулируют температуру нагрева для предотвращения кипения раствора. После диссоциации пробы добавляют 10 мл перхлорной кислоты (4.1) и поддерживают нагрев до образования белых паров перхлорной кислоты и получения окончательного объема пробы 5 мл-10 мл.

Охлаждают платиновую чашку с пробой до комнатной температуры, добавляют 20 мл азотной кислоты (1 + 1), накрывают часовым стеклом и нагревают. Добавляют 20 мл раствора цитрата аммония (25 %) (4.4) и снова нагревают. В теплую платиновую чашку при перемешивании палочкой из PTFE добавляют (понемногу) 40 мл раствора гидроксида натрия (25 %)¹⁾ до изменения окраски (желтой на розовую)²⁾.

Переносят раствор пробы в стеклянный стакан вместимостью 250 мл и охлаждают его до комнатной температуры.

Добавляют 3 мл цианида калия (10 %) (4.6) и регулируют pH раствора до $9,2 \pm 0,2$ гидроксидом аммония (1 + 1) (4.7) или раствором азотной кислоты (1 + 1). Переносят отрегулированный раствор в делительную воронку, промывая стенки стакана дистиллированной водой. В том случае, если pH раствора, который растворяет пробу выше 8, добавляют 10 %-ный раствор цианида калия.

Добавляют 20 мл дитизона (0,02 %) (4.8) в делительную воронку и тщательно перемешивают в течение 5 мин.

Оставляют в покое до разделения слоя дитизона и водного слоя. Переносят нижний слой дитизона в новый стакан. Снова добавляют 20 мл дитизона (0,02 %) тщательно перемешивают в течение 5 мин.

Добавляют 10 мл дитизона (0,005 %) в водный слой делительной воронки, и промывают путем тщательного перемешивания в течение 5 мин. Оставляют в покое до разделения слоев. Добавляют слой дитизона к упомянутому выше слою дитизона.

1) Добавляют для растворения осажденного вольфрамата желтого цвета и получения розовой окраски.

2) При удалении часового стекла с платиновой чашки для добавления реактива следует промывать внутреннюю поверхность дистиллированной водой.

Нагревают раствор при температуре 60 – 80 °С в теплой бане до полного выпаривания хлороформа.

Добавляют 10 мл азотной кислоты и 5 мл перхлорной кислоты в сухой стеклянный стакан и вставляют в него стеклянную палочку. Накрывают часовым стеклом и нагревают до образования белых паров перхлорной кислоты. После образования белых паров перхлорной кислоты обезвоживают и сгущают его. После охлаждения до нормальной температуры переносят его в мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют водой и перемешивают.

6.3 Контрольный опыт

Выполняют контрольный опыт параллельно с определением, следуя той же самой методике и используя те же количества всех реактивов, но опуская пробу для анализа.

7 Аналитические параметры

7.1 Длина волны атомного абсорбционного спектрометра (AAS)

7.1.1 При анализе следует использовать спектральные линии, указанные в Таблице 1.

Таблица 1 — Спектральные линии

Длина волны Pb нм	Длина волны Cd нм
283,3	228,8

7.1.2 Необходимо использовать ацетилено-воздушное пламя, обедненное топливом.

7.2 Длина волны спектрометра с индуктивно связанной плазмой (ICP)

При анализе следует использовать спектральные линии, указанные в Таблице 2.

Таблица 2 — Спектральные линии

Длина волны Pb нм	Длина волны Cd нм
220,3	228,8

8 Построение калибровочного графика

8.1 С помощью бюретки или пипетки переносят 0 мл, 1 мл, 3 мл и 5 мл стандартного раствора свинца и кадмия (100 мг/л, см. 4.12) в мерные колбы вместимостью 100 мл. Добавляют 15 мл азотной кислоты, разбавляют до метки дистиллированной водой и хорошо перемешивают.

8.2 Последовательно распыляют растворы в индуктивно связанную плазму аргона или атомный абсорбционный спектрометр и строят калибровочные графики, измеряя интенсивность излучения на длинах волн, указанных в 7.1 и 7.2.

8.3 После построения калибровочного графика измеряют содержание каждого элемента в испытуемом растворе и растворе контрольного опыта.

9 Расчет

Содержание Pb или Cd в пробе, выраженное в миллиграммах на килограмм (мг/кг), определяют по Формулам (1) и (2):

$$w_{Pb} = \frac{\rho_1 - \rho_2}{m} V \quad (1)$$

$$w_{Cd} = \frac{\rho_1 - \rho_2}{m} V \quad (2)$$

где

w_{Pb} содержание Pb в пробе, в миллиграммах на килограмм (мг/кг);

w_{Cd} содержание Cd в пробе, в миллиграммах на килограмм (мг/кг);

ρ_1 массовая концентрация элемента в испытуемом растворе, в миллиграммах на литр (мг/л);

ρ_2 массовая концентрация в контрольном опыте на реактивы, в миллиграммах на литр (мг/л);

V объем разбавления испытуемого раствора, в миллилитрах (мл);

m масса пробы, в граммах (г).

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать, по меньшей мере, следующую информацию:

- a) всю информацию, необходимую для идентификации пробы, лабораторию и дату анализа;
- b) используемый метод испытания вместе со ссылкой на этот международный стандарт;
- c) результаты испытания и форма их выражения;
- d) используемые аналитические спектральные линии;
- e) любые особенности, замеченные во время определения;
- f) любые операции, не указанные в этом международном стандарте, или любые необязательные операции, которые могут повлиять на результаты испытания.

Приложение А (информативное)

Сплавы твердые. Определение содержания свинца и кадмия

А.1 Введение

При анализе микроэлементов в пробе сверхтвердого сплава методами ААС или ICP возникает значительный матричный эффект основного компонента сосуществующего элемента, поэтому прямое измерение из раствора пробы не может обеспечить хорошую прецизионность. Для изучения оптимального метода анализа и воспроизводимости была проведена проверка на воспроизводимость метода экстрагирования растворителем, при котором происходит разделение и концентрирование Pb и Cd от основного компонента.

А.2 Повторяемость результатов испытания твердых сплавов. Пробы для испытания

Из-за недостатка аттестованных стандартных образцов (CRM) сверхтвердого сплава, которые обеспечивают необходимый диапазон концентраций Pb и Cd, состав проб для испытания металлического вольфрама (W) был сделан равным составу общей пробы, приведенному в Таблице А.1. К тому же для получения необходимых концентраций Pb и Cd к высокочистым порошкам карбида вольфрама (WC) и кобальта (Co) были добавлены оксид Pb и оксид Cd.

Результаты, полученные для проб для испытания, суммированы в Таблице А.1. Результат анализа однородности этих стандартных образцов и проверки на повторяемость приведены в Таблице А.2.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/767bd6ea-c90d-4243-9b00-4a84b017658a/iso-26482-2010>

Таблица А.1 — Химический состав проб для испытания

Проба	WC % (массовая доля)	Co % (массовая доля)	Содержание Pb мг/кг	Содержание Cd мг/кг
НМ 1	94	6	200	100
НМ 2	94	6	400	200

Таблица А.2 — Показатели повторяемости ($n = 6$)

Данные для ICP и ААС		Содержание Pb мг/кг		Содержание Cd мг/кг	
		Проба НМ 2	Проба НМ 1	Проба НМ 2	Проба НМ 1
ICP	Среднее содержание	395,3	199	195,1	98,1
	Относительное среднеквадратическое отклонение (RSD) (%)	7,91	6,43	1,81	0,84
	Прецизионность (%)	98	96,8	98,2	99,1
	Воспроизводимость (%)	98,8	99,5	97,6	98,1
ААС	Среднее содержание	381,6	196	212,5	108,3
	Относительное среднеквадратическое отклонение (RSD) (%)	5,39	5	1,7	1,62
	Прецизионность (%)	98,6	97,5	99,2	98,5
	Воспроизводимость (%)	95,4	98	106,2	108,3