УДК 669.25 : 546.48.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 741.14—80

КОБАЛЬТ

Методы определения кадмия

COBALT
Methods for the determination of cadmium

Взамен ГОСТ 741.14—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 января 1980 г. № 48 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и фотометрический методы определения кадмия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 741.0—80.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД (от 0,0002 до 0,005%)

2.1. Сущность метода

Метод основан на определении атомной абсорбции кадмия в пламени при длине волны 228,8 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, включающий лампы с кадмиевым полым катодом и всеми принадлежностями, и обеспечивающий чувствительность определения кадмия 0,1 мкг/мл на 1% поглощения.

Баллон ацетилена с редуктором, ацетилен по ГОСТ 5457—75. Компрессор воздушный.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78, разбавленная 1 : 1.

Кобальт по ГОСТ 123—78, марки К0 (с известным содержанием кадмия, установленным фотометрическим методом).

gost.e-ecolog.ru

Кобальт азотнокислый, 10%-ный раствор, приготовленный растворением кобальта металлического марки К0 с установленным содержанием кадмия.

Кадмий металлический по ГОСТ 22860—77.

Стандартный раствор кадмия.

Раствор А: 1 г кадмия растворяют в 30 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, выпаривают до 3—5 мл, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

1 мл раствора А содержит 1 мг кадмия.

Раствор Б: 10 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,1 мг кадмия.

Раствор В: 10 мл раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора В содержит 0,01 мг кадмия.

2.3. Проведение анализа

Навеску кобальта массой 5 г при массовой доле от 0,0002 до 0,002% и 1 г при массовой доле от 0,002 до 0,005% растворяют в 50—30 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, выпаривают до влажных солей, слегка охлаждают, приливают 15—20 мл воды, нагревают до растворения солей.

Полученный раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор кобальта распыляют в пламя атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию кадмия в пламени при длине волны 228,8 нм. Одновременно проводят контрольный опыт. Величину оптической плотности контрольного опыта вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора. Содержание кадмия в растворе устанавливают по градуировочному графику.

2.4. Построение градуировочного графика при содержании кадмия от 0,0002 до 0,002%

В шесть мерных колб вместимостью 100 мл помещают 50 мл 10%-ного раствора азотнокислого кобальта с известным содержанием кадмия и приливают последовательно такое количество стандартного раствора В, чтобы содержание кадмия в колбах составляло 0; 0,005; 0,010; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100 мг. Затем колбы доливают водой до метки и перемешивают. Полученные растворы фотометрируют на атомно-абсорбционном спектрофотометре одновременно с испытуемым раствором пробы, как указано в п. 2.3.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им массам кадмия строят градуировочный график.

2.5. Построение градуировочного графика при массовой доле кадмия от 0,002 до 0,005%

В мерные колбы вместимостью 100 мл помещают 0; 1; 2,5; 5,0; 7,5; 10 мл стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,010; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100 мг кадмия, доливают водой до метки и перемешивают. Далее поступают, как указано в п. 2.4.

2.6. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

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

m — масса навески кобальта, г.

2.6.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля кадмия, %	Допускаемые расхождения, отн. %
От 0,0002 до 0,0005	20
Св. 0,0005 „ 0,002	10

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД
(при массовой доле от 0,0001 до 0,002%)

3.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в экстракции хлоридного комплекса кадмия хлороформным раствором трибензиламина с последующей реэкстракцией. Определение заканчивают фотометрическим методом, используя розовую окраску дитизоната кадмия.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78, разбавленная 3 : 2 и 0,5 н. раствор.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, 2 н. раствор.

Кислота винная (виннокаменная кислота) по ГОСТ 5817—77, 2%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1 : 200.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 40%-ный раствор.

Калий цианистый, 1,0 и 0,05%-ные растворы в 40%-ном растворе гидроокиси натрия.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79, 25%-ный раствор.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 20%-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Тимоловый синий, 0,1%-ный раствор в 20%-ном растворе этилового спирта.

Трибензиламин, 8%-ный раствор в хлороформе.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74, перегнанный.

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по ГОСТ 10165—79, 0,04, 0,008 и 0,004%-ный растворы в хлороформе.

Для приготовления 0,04%-ного раствора дитизона навеску массой 0,04 г растворяют в 40 мл хлороформа, переносят в делительную воронку вместимостью 500 мл, приливают 200 мл аммиака, разбавленного 1 : 200, энергично встряхивают 1—2 мин (дитизон окрашивает водный слой в оранжевый цвет), сливают органический слой в другую делительную воронку вместимостью 200 мл и повторяют экстракцию с 50 мл аммиака, органический слой отбрасывают. Водный слой присоединяют к водному слою в первой делительной воронке и промывают 10—15 мл хлороформа.

К водному раствору приливают 100 мл хлороформа, подкисляют соляной кислотой до изменения цвета водного слоя из оранжевого в зеленовато-синий и встряхивают до обесцвечивания водного слоя. Органический слой сливают в делительную воронку вместимостью 200 мл, промывают водой и фильтруют через сухой фильтр в склянку из темного стекла. Раствор хранят при 5—7 °С. Для приготовления 0,008%-ного раствора дитизона 40 мл 0,04%-ного раствора дитизона разбавляют до 200 мл хлороформом.

Для приготовления 0,004%-ного раствора 20 мл 0,04%-ного раствора дитизона разбавляют до 200 мл хлороформом.

Кадмий по ГОСТ 1467—77.

Стандартные растворы кадмия.

Раствор А: 1 г кадмия растворяют в 30 мл азотной кислоты, разбавленной 3 : 2, в стакане вместимостью 400 мл, выпаривают до 3—5 мл, охлаждают, приливают 10 мл соляной кислоты и вновь выпаривают. Выпаривание повторяют еще два раза, приливая каждый раз по 10 мл соляной кислоты. К охлажденному остатку приливают 170 мл соляной кислоты. Количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

1 мл раствора содержит 1 мг кадмия.

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

1 мл раствора содержит 0,1 мг кадмия.

Раствор В: 5 мл раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доливают до метки 2 н. раствором соляной кислоты и перемешивают.

1 мл раствора содержит 0,002 мг кадмия.

3.3. Проведение анализа

Навеску кобальта массой 1 г растворяют в 20 мл смеси соляной и азотной кислот 3 : 1 на умеренно нагретой плите, раствор выпаривают до получения влажных солей. Выпаривание с добавлением 10 мл соляной кислоты повторяют три раза. В третий раз раствор осторожно выпаривают на теплой плите досуха. Сухой остаток растворяют в 10 мл 2 н. раствора соляной кислоты, переносят в делительную воронку вместимостью 150—200 мл, обмывают стакан 1 мл 2 н. раствора соляной кислоты, добавляют равный с водным объемом раствор трибензиламина (строго соблюдая пропорцию) и энергично встряхивают 1 мин. Органическую фазу переводят в другую делительную воронку вместимостью 200 мл. К водной фазе добавляют равный с водным объемом объем раствора трибензиламина и встряхивают 1 мин. Органические экстракты соединяют. К водной фазе добавляют 5 мл хлороформа, встряхивают 20 с, хлороформный слой присоединяют к органической фазе, а водный слой отбрасывают.

Для реэкстракции кадмия к объединенной органической фазе добавляют 15 мл 0,5 н. раствора азотной кислоты, встряхивают воронку 1 мин. Органический слой сливают в чистую делительную воронку. Реэкстракт сохраняют.

К органическому слою приливают 10 мл 0,5 н. раствора азотной кислоты, встряхивают делительную воронку 1 мин, органический слой отбрасывают, а водный присоединяют к первой порции реэкстракта. К объединенному реэкстракту добавляют 2—3 капли индикатора тимолового синего и осторожно нейтрализуют раствором едкого натра до появления желтой окраски. Перемешивая раствор после добавления каждого реактива, приливают 1 мл раствора виннокислого калия-натрия, 5 мл 1%-ного раствора цианистого калия, 1 мл раствора гидроксиламина и 15 мл 0,008%-ного раствора дитизона, воронку энергично встряхивают 1 мин и сливают слой хлороформа в чистую делительную воронку, содержащую 25 мл охлажденной до 5—7 °С винной кислоты. Экстракцию повторяют с 10 мл дитизона и сливают органическую фазу в делительную воронку с винной кислотой. Водную фазу отбрасывают.

Делительную воронку, содержащую винную кислоту и объединенные органические экстракты, энергично встряхивают в течение 2 мин. Хлороформный слой отбрасывают. При встряхивании с винной кислотой дитизонат кадмия разрушается, а освободившийся дитизон извлекается хлороформом. Водный слой промывают 5 мл хлороформа, который отбрасывают. К водной фазе добавляют 0,25 мл раствора гидроксиламина, 10 мл 0,004%-ного раствора дитизона, 5 мл 0,05%-ного раствора цианистого калия и встряхивают 1 мин. Раствор, содержащий розовый дитизонат кадмия,

фильтруют через ватный тампон в мерную колбу вместимостью 25 мл. Экстракцию повторяют 2—3 раза с 5 мл раствора дитизона, фильтруя органическую фазу в ту же мерную колбу (последняя порция хлороформа должна быть бесцветной).

Объем раствора в мерной колбе доводят до метки хлороформом и перемешивают. Оптическую плотность экстракта измеряют на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 510 нм) в кювете с толщиной слоя 20 мм.

В качестве раствора сравнения используют хлороформ.

Из значения оптической плотности раствора анализируемой пробы вычитают значение оптической плотности раствора контрольного опыта, который проводят через все стадии анализа параллельно с пробой. Содержание кадмия находят по градуировочному графику.

3.4. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью по 150 мл отбирают 0; 0,5; 1; 2; 5; 6; 8; 10 мл стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,001; 0,002; 0,004; 0,008; 0,012; 0,016; 0,020 мг кадмия, доводят объем растворов 2 н. раствором соляной кислоты до 10 мл, добавляют равный объем трибензиламина, энергично встряхивают и проводят все операции, как указано в п. 3.3.

3.5. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

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

m — масса навески кобальта, г.

3.5.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 20 отн. %.

Изменение № 1 ГОСТ 741.14—80 Кобальт. Методы определения кадмия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.01.86 № 55 срок введения установлен

с 01.07.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 741.0—80 на ГОСТ 741.1—80.

Пункт 2.2. Четвертый абзац. Исключить слова: «(с известным содержанием кадмия, установленным фотометрическим методом)»;

пятый абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор 100 $г/дм^3$»; исключить слова: «с установленным содержанием кадмия».

Пункт 2.4. Наименование и первый абзац изложить в новой редакции: «2.4. Построение градуировочного графика при массовой доле кадмия от 0,0002 до 0,002 %.

В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ помещают 50 $см^3$ раствора азотнокислого кобальта, приливают последовательно 0; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 $см^3$ стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,005; 0,010; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100 мг кадмия. Доливают колбы водой до метки и перемешивают. Полученные растворы фотометрируют на атомно-абсорбционном спектрофотометре вместе с испытуемым раствором пробы, как указано в п. 2.3. Величину оптической плотности контрольного раствора вычитают из величины оптической плотности стандартного раствора».

Пункт 2.6.2 изложить в новой редакции: «2.6.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля кадмия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0002 до 0,0005 включ.	0,00013
Св. 0,0005 » 0,0012 »	0,0002
» 0,0012 » 0,002 »	0,0003

Пункт 3.2. Четвертый абзац. Заменить слова: «2 %-ный раствор» на «раствор 20 $г/дм^3$»; исключить слова: «(виннокаменная кислота)»;

шестой абзац. Заменить слова: «40 %-ный раствор» на «раствор 400 $г/дм^3$»;

(Продолжение см. с. 86)

седьмой абзац изложить в новой редакции: «Калий цианистый, растворы 10 и 0,5 г/дм³ в растворе гидроокиси натрия 400 г/дм³»;

заменить слова и ссылку: «25 %-ный раствор» на «раствор 250 г/дм³»; «20 %-ный раствор» на «раствор 200 г/дм³»; «0,1 %-ный раствор в 20 %-ном растворе этилового спирта» на «раствор 1 г/дм³ в растворе этилового спирта 200 г/дм³»; «8 %-ный раствор» на «раствор 80 г/дм³»; «0,04; 0,008 и 0,004 %-ный растворы» на «растворы 0,4, 0,08 и 0,04 г/дм³»; «0,04 %-ного раствора дитизона» на «раствора дитизона 0,4 г/дм³»; «0,008 %-ного раствора дитизона 40 мл 0,04 %-ного раствора дитизона» на «раствора дитизона 0,08 г/дм³ 40 см³ раствора дитизона 0,4 г/дм³»; «0,004 %-ного раствора 20 мл 0,04 %-ного раствора дитизона» на «раствора 0,04 г/дм³ 20 см³ раствора дитизона 0,4 г/дм³»; 2 н. на 2 М (2 раза), ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 18300—72.

Пункт 3.3. Первый абзац. Заменить значение: 2 н. на 2 М (2 раза);

второй абзац. Заменить значение: 0,5 н. на 0,5 М;

третий абзац. Заменить значение и слова: 0,5 н. на 0,5 М; «1 %-ного раствора цианистого калия» на «раствора цианистого калия 10 г/дм³»; «0,008 %-ного раствора дитизона» на «раствора дитизона 0,08 г/дм³»; «0,004 %-ного раствора дитизона, 5 мл 0,05 %-ного раствора цианистого калия» на «раствора дитизона 0,04 г/дм³, 5 см³ раствора цианистого калия 0,5 г/дм³».

Пункт 3.4. Заменить слова: «отбирают 0; 0,5; 1; 2; 5; 6; 8; 10 мл» на «отбирают 0; 0,5; 1; 2; 4; 6; 8; 10 см³»; 2 н. на 0,5 М.

Пункт 3.5.2 изложить в новой редакции: «3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кадмия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0001 до 0,0002 включ.	0,00006
Св. 0,0002 » 0,0004 »	0,00012
» 0,0004 » 0,0008 »	0,00024
» 0,0008 » 0,002 »	0,0005

(ИУС № 5 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 741.14—80 Кобальт. Методы определения кадмия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Метод основан на измерении атомной абсорбции кадмия в пламени ацетилен-воздух при длине волны 228,8 нм».

Пункт 2.2. Первый — шестой абзацы изложить в новой редакции: «Спектрофотометр атомно-абсорбционный с коррекцией фона.

Источник излучения для кадмия.

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Кислота азотная по ГОСТ 3118—77, раствор 1 : 1.

Кобальт по ГОСТ 123—78 марки КО; раствор азотно-кислого кобальта: навеску кобальта массой 10,00 г растворяют в 70 см³ азотной кислоты, выпари-

(Продолжение см. с. 52)

вают до влажных солей, охлаждают и приливают 15—20 $см^3$ воды, нагревают для растворения солей. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают до метки водой.

1 $см^3$ раствора содержит 0,1 г кобальта.

Кадмий высокой чистоты по ГОСТ 22860—77»;

восьмой абзац. Заменить значение и слова: 1 г на 1,000 г; «азотной кислоты, разбавленной 1 : 1» на «раствора азотной кислоты 1 : 1»;

девятый, одиннадцатый, тринадцатый абзацы. Заменить значения: 1 мг на $1 \cdot 10^{-3}$ г; 0,1 мг на $1 \cdot 10^{-4}$ г; 0,01 мг на $1 \cdot 10^{-5}$ г.

Пункт 2.3. Заменить значения и слова: 5 г на 5,000 г; 1 г на 1,0000 г; «азотной кислоты, разбавленной 1 : 1» на «раствора азотной кислоты 1 : 1»;

третий абзац изложить в новой редакции: «Атомную абсорбцию кадмия в анализируемых растворах измеряют параллельно с градуировочными растворами и растворами контрольного опыта в пламени ацетилен-воздух при длине волны 228,8 нм

(Продолжение см. с. 53)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.14—80)

Концентрацию кадмия в анализируемом растворе находят по градуировочному графику с поправкой на концентрацию кадмия в растворе контрольного опыта».

Пункт 2.4. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 50 см³ раствора азотно-кислого кобальта, затем 0; 0,50; 1,00; 2,50; 5,00; 7,50; 10,00 см³ стандартного раствора В, что соответствует (0; 0,05; 0,10; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00) · 10^{-6} г/см³ кадмия и доливают до метки водой. Полученные растворы распыляют в пламя ацетилен-воздух в соответствии с п. 2.3.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям кадмия строят градуировочный график с поправкой на значение атомной абсорбции градуировочного раствора, не содержащего кадмий».

Пункты 2.6.1, 2.6.2, 3.1 изложить в новой редакции: «2.6.1. Массовую долю кадмия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация анализируемого раствора, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем фотометрируемого раствора, см³;

m — масса навески кобальта, г.

2.6.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (d), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (D), не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля кадмия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,00010 до 0,00020 включ.	0,00006	0,00008
Св. 0,00020 » 0,00050 »	0,00010	0,00012
» 0,0005 » 0,0012 »	0,0002	0,0002
» 0,0012 » 0,0020 »	0,0003	0,0003
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0004	0,0004

(Продолжение см. с. 54)

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении светопоглощения комплексного соединения кадмия с дитизоном при длине волны 510 нм после предварительного отделения экстракцией хлоридного комплекса кадмия хлороформным раствором трибензиламином с последующей реэкстракцией».

Пункт 3.2. Первый — третий абзацы изложить в новой редакции: «Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 3 : 2 и 0,5 М раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 2 М раствор»;

заменить значения: 1 мг на $1 \cdot 10^{-3}$ г; 0,1 мг на $1 \cdot 10^{-4}$ г; 0,002 мг на $2 \cdot 10^{-6}$ г.

Пункт 3.3. Пятый абзац изложить в новой редакции: «Объем раствора в мерной колбе доводят до метки хлороформом и измеряют светопоглощение раствора при длине волны 510 нм»;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «Массу кадмия в анализируемом растворе находят по градуировочному графику с поправкой на массу кадмия в растворе контрольного опыта».

Пункты 3.4, 3.5.2 изложить в новой редакции: «3.4. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью 100 см³ отбирают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 5,00; 6,00; 8,00; 10,00 см³ стандартного раствора В, что соответствует (0; 0,001; 0,002; 0,004; 0,010; 0,012; 0,016; 0,020) $\cdot 10^{-3}$ г кадмия, доводят объем растворов раствором соляной кислоты до 10 см³, приливают равный объем раствора трибензиламина и далее в соответствии с п. 3.3.

В качестве раствора сравнения используют хлороформ. По полученным значениям светопоглощения и соответствующим им массам кадмия строят градуировочный график с поправкой на значение светопоглощения градуировочного раствора, не содержащего кадмий.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода *(d)*, и результатов основного и повторного анализов, характеризующие воспроизводимость метода *(D)*, не должны превышать значений, указанных в таблице».

(ИУС № 2 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru