ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57652— 2017

ПЫЛИ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Методы измерений массовой доли кадмия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 503 «Медь»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 сентября 2017 г. № 1069-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2017

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Характеристики показателей точности измерений 2
4 Метод атомно-абсорбционной спектрометрии 2
5 Метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой 6
Библиография 11

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЫЛИ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Методы измерений массовой доли кадмия

Dusts of non-ferrous metallurgy enterprises. Methods of cadmium mass content measuring

Дата введения — 2018—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пыли металлургических предприятий цветной металлургии и устанавливает методы измерений массовой доли кадмия: атомно-абсорбционной спектрометрии в диапазоне от 0,0050 % до 1,00 % и атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой в диапазоне от 0,0010 % до 1,00 %.

Общие требования к методам измерений и требования безопасности при выполнении измерений, контролю точности результатов измерений — по ГОСТ 32221, ГОСТ Р 53198, отбор и подготовка проб для измерений — по нормативным документам на конкретную продукцию.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1467 Кадмий. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4518 Реактивы. Аммоний фтористый. Технические условия

ГОСТ 5457 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 20448 Газы углеводородные сжиженные топливные для коммунально-бытового потребления. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32221 Концентраты медные. Методы анализа

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода лабораторная для анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53198 Руды и концентраты цветных металлов. Общие требования к методам анализа

Издание официальное

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли кадмия соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$). Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли кадмия при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли кадмия	Показатель точности $\pm \Delta$	Предел (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0006	0,0006	0,0008
Св. 0,0020 » 0,0050 »	0,0010	0,0010	0,0014
» 0,0050 » 0,0100 »	0,0021	0,0020	0,0030
» 0,010 » 0,030 »	0,005	0,005	0,007
» 0,030 » 0,050 »	0,010	0,010	0,014
» 0,050 » 0,100 »	0,014	0,014	0,020
» 0,10 » 0,30 »	0,04	0,03	0,05
» 0,30 » 0,50 »	0,05	0,04	0,07
» 0,50 » 1,00 »	0,07	0,07	0,10

4 Метод атомно-абсорбционной спектрометрии

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрометр атомно-абсорбционный с пламенным атомизатором и источниками излучения на кадмий;
- компрессор воздушный;
- весы специального класса точности по ГОСТ Р 53228 с дискретностью 0,0001 г;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева не менее 350 °С;
- систему для разложения проб типа HotBlock или аналогичную;
- колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы Кн-2-250-19/26 ТХС по ГОСТ 25336;
- мензурки или цилиндры по ГОСТ 1770;

- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) и ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81);
- дозатор пипеточный с диапазоном объема дозирования от 1000 до 10000 мкл с относительной погрешностью объема дозирования не более 1,0 %;
- посуда (чашки, тигли) из стеклоуглерода марки СУ-2000 по [2];
- стандартные образцы (СО) состава раствора ионов кадмия с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3 и относительной погрешностью аттестованного значения (P = 0,95) не более 1 %.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 или воду для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501;
- воздух, сжатый под давлением от $2 \cdot 10^2$ до $6 \cdot 10^2$ кПа;
- ацетилен по ГОСТ 5457;
- пропан-бутан по ГОСТ 20448;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную в соотношении 1:1, 5:95;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную в соотношении 1:1;
- кислоту борную по [3], раствор массовой концентрации 40 г/дм^3;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- кислоту хлорную по [4]
- кадмий по ГОСТ 1467;
- аммоний фтористый по ГОСТ 4518;
- фильтры обеззоленные по [5] или аналогичные.

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в настоящем стандарте.

4.2 Метод измерений

Метод основан на измерении атомного поглощения резонансных линий кадмия при длине волны 228,8 нм после введения анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух. Переведение пробы в раствор осуществляют кислотной обработкой навески пробы.

4.3 Подготовка к выполнению измерений

4.3.1 Подготовка прибора к выполнению измерений

Подготовку спектрометра к выполнению измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

4.3.2 Приготовление растворов

4.3.2.1 Приготовление растворов известной концентрации из металлического кадмия

При приготовлении раствора А массовой концентрации кадмия 1 мг/см^3 в стакан вместимостью 250 см^3 помещают навеску металлического кадмия массой 1,0000 г и приливают от 20 до 30 см^3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, растворяют при нагревании до температуры от 40 °С до 60 °С. Раствор выпаривают до объема от 2 до 3 см^3. Приливают 10 см^3 соляной кислоты и упаривают до влажных солей. Раствор охлаждают, приливают 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, и нагревают до растворения солей. Затем раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации кадмия 0,1 мг/см^3 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают соляной кислотой, разбавленной 5:95, до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора В с массовой концентрацией кадмия 0,01 мг/см^3 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают соляной кислотой, разбавленной в соотношении 5:95 до метки и перемешивают.

4.3.2.2 Приготовление раствора известной концентрации из стандартных образцов растворов ионов

Раствор Б с массовой концентрацией кадмия 0,1 мг/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5 см^3 СО раствора ионов кадмия (1 мг/см^3), доливают соляной кислотой, разбавленной в соотношении 5:95, до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора В с массовой концентрацией кадмия 0,01 мг/см^3 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают соляной кислотой, разбавленной 5:95, до метки и перемешивают.

4.3.2.3 Срок хранения раствора А — не более 1 года, раствора Б — не более 3 месяцев, раствор В применяют свежеприготовленным.

4.3.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят серию градуировочных растворов в соответствии с таблицей 2.

4.3.3.1 Градуировочные растворы при разложении проб в стаканах и стеклоуглеродных чашках

В ряд мерных колб, вместимостью 100 см^3 каждая, помещают аликвоты растворов кадмия (таблица 2), приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

Допускается после добавления аликвоты доливать до метки соляной кислотой, разбавленной в соотношении 5:95.

Таблица 2

Номер градуировочного раствора	Исходный раствор	Аликвота, см^3	Массовая концентрация Cd в градуировочном растворе, мкг/см^3	Массовая доля Cd, %	
				0,2 г проб на 100 см^3	0,1 г проб на 100 см^3
0	0	0	0	0	0
1	В	0,5	0,05	0,0025	0,005
2	В	1,0	0,1	0,005	0,010
3	В	5,0	0,5	0,025	0,050
4	Б	1,0	1,0	0,050	0,10
5	Б	2,0	2,0	0,10	0,20
6	Б	5,0	5,0	0,25	0,50
7	Б	10,0	10,0	0,50	1,00

Примечание — Концентрации кадмия в градуировочных растворах носят рекомендательный характер и зависят от характеристик используемого атомно-абсорбционного прибора и от интервала определяемых концентраций. Для построения градуировочного графика допускается использовать 3—7, но не менее 3 градуировочных растворов.

4.3.3.2 Градуировочные растворы при разложении проб в системе HotBlock

В ряд полиэтиленовых или фторопластовых пробирок приливают от 0,5 до 1 см^3 воды и кислоты в соответствии с 4.4.1.4 и проводят первую стадию нагревания, приливают 10 см^3 раствора борной кислоты, проводят вторую стадию нагревания. Растворы охлаждают и переливают из пробирок в ряд мерных колб вместимостью 100 см^3. Затем в эти колбы приливают аликвоты растворов кадмия в соответствии с таблицей 2, доливают водой до метки и перемешивают.

Измерение значения абсорбции кадмия в градуировочных растворах, построение градуировочных графиков, обработку и хранение результатов градуировки проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект атомно-абсорбционного спектрометра. Для этого включают спектрометр и настраивают управляющую программу в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Градуировочные растворы распыляют в пламени воздух-ацетилен.

Выполняют не менее двух измерений аналитических сигналов измеряемого компонента в каждом градуировочном растворе.

Градуировочные графики получают в координатах: по оси абсцисс — массовая концентрация кадмия в градуировочных растворах, выраженная в микрограммах на сантиметр кубический, по оси ординат — соответствующие значения аналитических сигналов.

Примечание — Допускается выражать концентрацию градуировочных растворов в других массовых единицах (миллиграммах на сантиметр кубический, процентах от фиксированной навески).

4.4 Порядок выполнения измерений

4.4.1 Разложение материала пробы

Масса навески пробы и объем разведения в зависимости от массовой доли кадмия представлены в таблице 3. Через все стадии измерений проводят холостой опыт на загрязнение реактивов.

Навеску пробы, взятую с точностью до четвертого десятичного знака после запятой (в соответствии с таблицей 3), растворяют одним из изложенных ниже способов:

4.4.1.1 Разложение в стеклянных стаканах (колбах)

Навеску пробы помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см^3, смачивают от 0,5 до 1 см^3 воды, добавляют от 0,1 до 0,2 г фтористого аммония, приливают от 15 до 20 см^3 соляной кислоты, нагревают в течение 15—20 мин, затем добавляют от 10 до 20 см^3 азотной кислоты, нагревают до растворения навески пробы и выпаривают до влажных солей.

Таблица 3

Интервал определяемых концентраций, %	Рекомендуемая масса навески пробы, г
От 0,005 до 0,50	0,2
От 0,01 до 1,0	0,1
Примечание — Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности атомно-абсорбционного спектрометра, однородности анализируемого материала и т. д. Если необходимо, проводят дополнительное разбавление. При выполнении измерений в пламени пропан-бутан рекомендуется применять навеску 0,1 г.	

4.4.1.2 Разложение в стеклоуглеродных чашках

Навеску пробы помещают в стеклоуглеродную чашку (тигель), смачивают от 0,5 до 1 см^3 воды, приливают от 10 до 15 см^3 соляной кислоты и от 5 до10 см^3 азотной кислоты. После завершения бурной реакции приливают от 10 до 20 см^3 фтористоводородной кислоты и 5 см^3 хлорной кислоты. Затем раствор нагревают до разложения навески пробы и продолжают нагревание до выделения густых паров хлорной кислоты. Чашку или тигель снимают с плиты, обмывают стенки водой и вновь нагревают раствор, выпаривая его досуха, не перекаливая осадок.

4.4.1.3 Сухой остаток, полученный по одному из изложенных выше способов, охлаждают в посуде, в которой проводили разложение пробы, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, от 10 до 20 см^3 воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу, вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Если в колбе присутствует нерастворимый осадок, то дают ему отстояться или раствор фильтруют в сухой стакан (колбу), отбрасывая первые порции фильтрата.

Допускается использование других соотношений объемов азотной, соляной и фтористоводородной кислот, обеспечивающих полное переведение аналита в солянокислый раствор.

4.4.1.4 Разложение в системе HotBlock

В полиэтиленовую или тефлоновую пробирку системы HotBlock помещают навеску пробы массой от 0,1 до 0,2 г (таблица 3). Смачивают от 0,5 до 1 см^3 воды, приливают кислоты: 2 см^3 азотной, 8 см^3 соляной и от 0,5 до 1 см^3 фтористоводородной. Выдерживают «на холоде» до прекращения бурной реакции.

Затем закрывают крышкой и выполняют первую стадию разложения: устанавливают пробирки в ячейки HotBlock, задают температуру 95 °С и выдерживают при этой температуре от 45 до 60 мин до растворения навески.

По окончании первой стадии пробирку с раствором вынимают из ячейки системы разложения и охлаждают. Открывают крышку и приливают 10 см^3 раствора борной кислоты. Крышку вновь закрывают и выдерживают раствор в ячейке HotBlock от 20 до 30 мин. Затем пробирки вынимают из ячеек, охлаждают, приливают от 15 до 20 см^3 воды и затем переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Если в колбе присутствует нерастворимый осадок, то дают ему отстояться или раствор фильтруют в сухой стакан (колбу), отбрасывая первые порции фильтрата.

4.4.2 Выполнение измерений

Измерение величины абсорбции кадмия проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект атомно-абсорбционного спектрометра. Для этого включают спектрометр и управляющую программу в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Анализируемые растворы распыляют в пламени воздух-ацетилен. Выполняют не менее двух измерений аналитического сигнала кадмия в каждом растворе при длине волны 228,8 нм, для расчета берут среднеарифметическое значение. При смене растворов систему распыления промывают водой до получения нулевого показания прибора. В случае необходимости для уменьшения значения абсорбции допускается уменьшать оптический путь луча через измеряемую зону поворотом горелки.

По найденному значению абсорбции анализируемого раствора за вычетом абсорбции раствора холостого опыта находят содержание кадмия по градуировочному графику. Если концентрация кадмия в анализируемом растворе превышает его концентрацию в растворах для построения градуировочного графика (значение абсорбции анализируемого раствора выше абсорбции последней точки графика), то проводят разбавление анализируемого раствора. Для этого аликвоту анализируемого раствора помещают в колбу вместимостью 100 см^3, приливают соляную кислоту для создания ее кислотности 5 % по объему, доливают водой до метки и перемешивают.

Допускается после добавления аликвоты доливать до метки соляной кислотой, разбавленной в соотношении 5:95.

Допускается использовать для атомизации пробы пламя пропан-бутан-воздух, при условии обеспечения метрологических характеристик результатов измерений, указанных в таблице 1.

4.5 Обработка результатов измерений

4.5.1 Обработку и хранение результатов измерений массовой концентрации кадмия в пробе проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

4.5.2 Массовую долю кадмия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{CV100}{m1000000} = \frac{CV}{m10000}, \quad (1)$$

где C — массовая концентрация кадмия, найденная по градуировочному графику, с учетом величины холостого опыта, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

4.5.3 Массовую долю кадмия X_1 (при дополнительном разбавлении), %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{CVV_1100}{m1000000V_2} = \frac{CVV_1}{mV_210000}, \quad (2)$$

где C — массовая концентрация кадмия, найденная по градуировочному графику, с учетом величины холостого опыта, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

V_1 — конечный объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г;

V_2 — объем аликвоты раствора, см^3.

4.5.4 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности P = 0,95) предела повторяемости r, приведенных в таблице 1.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2.1).

4.5.5 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднее арифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

5 Метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой в качестве источника возбуждения со всеми принадлежностями;

- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева не менее 350 °С или аналогичную;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ Р 53228 с дискретностью 0,0001 г;
- система для разложения проб типа HotBlock или аналогичная;
- колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2-100-13/23ТХС, Кн-2-250-19/26ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1-100 ТС, В-1-250 ТС, по ГОСТ 25336;
- пипетки 1-2-2-1, 1-2-2-2, 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81);
- дозатор пипеточный с диапазоном объема дозирования от 1000 до 10000 мкл с относительной погрешностью объема дозирования не более 1,0 %;
- посуда (чашки, тигли) из стеклоуглерода марки СУ-2000 по [2];
- мензурки 50 по ГОСТ 1770;
- стандартные образцы (СО) состава раствора ионов кадмия с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3 и относительной погрешностью аттестованного значения (P = 0,95) не более 1 %.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 или воду для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 или кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125, разбавленную в соотношении 1:1;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 или кислоту соляную особой чистоты по ГОСТ 14261 и разбавленную в соотношениях 1:5, 1:1 и 5:95;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную в соотношении 1:1;
- аргон газообразный по ГОСТ 10157;
- кадмий по ГОСТ 1467 марки не ниже Кд1;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- кислоту борную по техническим условиям [3], раствор массовой концентрации 40 г/дм^3;
- кислоту хлорную по техническим условиям [4];
- фильтры обеззоленные по техническим условиям [5] или аналогичные.

Примечания

1 Допускается применение иных средств измерений, утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в методике измерений.

5.2 Сущность метода измерений

Метод основан на измерении интенсивности спектральных линий кадмия при возбуждении атомов раствора пробы в индуктивно связанной плазме.

5.3 Подготовка к выполнению измерений

5.3.1 Подготовка прибора к выполнению измерений

Подготовку спектрометра к выполнению измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

5.3.2 Приготовление растворов известной концентрации

Приготовление растворов известной концентрации в соответствии с 4.3.2.

5.3.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочных графиков готовят серию градуировочных растворов в соответствии с таблицей 4.

5.3.3.1 Градуировочные растворы при разложении проб в стаканах и стеклоуглеродных чашках

В ряд мерных колб, вместимостью 100 см^3 каждая помещают аликвоты растворов кадмия согласно таблице 4, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, доливают водой до метки и перемешивают. Допускается после добавления аликвоты доливать до метки соляной кислотой, разбавленной 5:95.

Примечание — Если при разложении применяют серную кислоту, то в градуировочные растворы дополнительно приливают по 1 см^3 серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 4

Номер градуировочного раствора	Исходный раствор	Аликвота, $см^3$	Массовая концентрация Cd в градуировочном растворе, $мкг/см^3$	Массовая доля Cd, %	
				0,2 г пробы на 100 $см^3$	0,1 г пробы на 100 $см^3$
0	0	0	0	0	0
1	В	0,5	0,05	0,0025	0,005
2	В	1,0	0,1	0,005	0,010
3	В	5,0	0,5	0,025	0,050
4	Б	1,0	1,0	0,050	0,10
5	Б	2,0	2,0	0,10	0,20
6	Б	5,0	5,0	0,25	0,50
7	Б	10,0	10,0	0,50	1,00
Примечание — Концентрации кадмия в градуировочных растворах носят рекомендательный характер и зависят от характеристик используемого атомно-эмиссионного прибора и от интервала определяемых концентраций. Для построения градуировочного графика допускается использовать 3—7, но не менее 3-х градуировочных растворов.					

5.3.3.2 Градуировочные растворы при разложении проб в стаканах и стеклоуглеродных чашках

В ряд мерных колб, вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают аликвоты растворов кадмия согласно таблице 4, приливают 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до метки и перемешивают. Допускается после добавления аликвоты доливать соляной кислотой, разбавленной в соотношении 5:95, до метки.

Примечание — Если при разложении применяют серную кислоту, то в градуировочные растворы дополнительно приливают по 1 $см^3$ серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

5.3.3.3 Градуировочные растворы при разложении проб в системе HotBlock

В ряд полиэтиленовых или фторопластовых пробирок приливают от 0,5 до 1 $см^3$ воды и кислоты в соответствии с 5.4.1.5, проводят первую стадию нагревания, приливают 10 $см^3$ раствора борной кислоты, проводят вторую стадию нагревания. Растворы из пробирок переливают в ряд мерных колб вместимостью 100 $см^3$. Затем в эти колбы приливают аликвоты растворов кадмия в соответствии с таблицей 4, доливают водой до метки и перемешивают.

5.3.3.4 Построение градуировочного графика

Определение градуировочных характеристик, обработка и хранение результатов градуировки проводят с использованием стандартного программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

Выполняют не менее двух измерений аналитических сигналов кадмия в каждом градуировочном растворе. Рекомендуемые длины волн для измерения эмиссии 214,438 (226,502) нм. Мощность плазмы, расход аргона, высоту регистрируемой зоны плазмы и другие параметры устанавливают так, чтобы достигнуть оптимальных значений по чувствительности и точности определения кадмия.

Рассчитывают градуировочные графики измеряемого компонента (кадмия) с помощью программного обеспечения в координатах среднее значение интенсивности излучения — концентрация кадмия ($мкг/см^3$, $мг/см^3$ или %).

5.4 Выполнение измерений

5.4.1 Разложение материала пробы

5.4.1.1 Рекомендуемая масса навески пробы и разбавление указаны в таблице 5.

Таблица 5

Интервал определяемых концентраций, %	Рекомендуемая масса навески пробы, г
От 0,001 до 0,50	0,2
От 0,01 до 1,0	0,1
Примечание — Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности ИСП спектрометра, однородности анализируемого материала и т. д.	

5.4.1.2 Разложение в стеклянных стаканах (колбах)

Навеску пробы массой от 0,1 до 0,2 г (таблица 5) помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 250 см^3, смачивают от 0,5 до 1 см^3 воды, приливают от 10 до 15 см^3 азотной кислоты, затем от 10 до 15 см^3 соляной кислоты, выдерживают «на холоду» до прекращения бурной реакции. После прекращения бурной реакции стакан (колбу) ставят на плиту для дальнейшего растворения. Нагревают до растворения навески. Затем выпаривают раствор при умеренном нагревании до влажных солей. Приливают 5 см^3 соляной кислоты и вновь выпаривают раствор до влажных солей. Стакан охлаждают, приливают 5 (10) см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1 (при объеме разбавления 50 и 100 см^3 соответственно), от 10 до 15 см^3 воды и нагревают до растворения солей.

5.4.1.3 Разложение в стеклоуглеродных чашках

Навеску пробы помещают в стеклоуглеродную чашку (тигель), смачивают водой, приливают кислоты: от 10 до 15 см^3 соляной и от 5 до 10 см^3 азотной. После завершения бурной реакции приливают от 10 до 20 см^3 фтористоводородной кислоты и 5 см^3 хлорной кислоты или 5 см^3 серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1.

Затем раствор нагревают до разложения основной массы навески пробы и продолжают нагревание до выделения густых паров хлорной (серной) кислоты. Чашку или тигель снимают с плиты, обмывают стенки водой и вновь нагревают раствор, выпаривая его досуха не перекаливая. Чашку охлаждают, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, от 30 до 40 см^3 воды, нагревают до растворения солей.

5.4.1.4 Раствор, полученный по одному из перечисленных выше способов, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Если в мерной колбе присутствует нерастворимый осадок, то дают ему отстояться или раствор фильтруют в сухой стакан (колбу), отбрасывая первые порции фильтрата.

Допускается использование других соотношений объемов азотной, соляной и фтористоводородной кислот, обеспечивающих полное переведение аналита в солянокислый раствор.

5.4.1.5 Разложение в системе HotBlock

В полиэтиленовую или тефлоновую пробирку системы HotBlock помещают навеску пробы массой от 0,1 до 0,2 г (таблица 5). Смачивают от 0,5 до 1 см^3 воды, приливают кислоты: 2 см^3 азотной, 8 см^3 соляной и от 0,5 до 1 см^3 фтористоводородной. Выдерживают «на холоде» до прекращения бурной реакции.

Затем закрывают крышкой и выполняют первую стадию разложения: устанавливают пробирки в ячейки HotBlock, задают температуру 95 °С и выдерживают при этой температуре от 45 до 60 мин до растворения навески.

По окончании первой стадии пробирку с раствором вынимают из ячейки системы разложения и охлаждают до температуры не менее 50 °С. Открывают крышку и приливают 10 см^3 раствора борной кислоты. Крышку вновь закрывают и выдерживают раствор в ячейке HotBlock от 20 до 30 мин. Затем пробирки вынимают из ячеек, охлаждают до комнатной температуры, приливают от 15 до 20 см^3 воды и затем переливают в мерную колбу вместимостью 50 или 100 см^3 (таблица 5), доливают водой до метки и перемешивают.

Если в мерной колбе присутствует нерастворимый осадок, то дают ему отстояться или раствор фильтруют в сухой стакан (колбу), отбрасывая первые порции фильтрата.

5.4.1.6 Для внесения поправки на массовую долю кадмия в реактивах через все стадии анализа проводят холостой опыт.

5.4.2 Выполнение измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра.

5.4.3 Выполняют два параллельных измерения.

5.4.4 Измерение следует начинать по истечении от 20 до 30 мин после зажигания плазмы для стабилизации условий измерений.

5.5 Обработка результатов измерений

5.5.1 Обработку и хранение результатов измерений массовой концентрации кадмия в пробе проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

5.5.1.1 Если результат измерений анализируемого раствора выдается программным обеспечением в виде массовой концентрации кадмия (мкг/см^3), то массовую долю определяемого кадмия в пробе, X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{AV}{m10000}, \quad (3)$$

где A — массовая концентрация кадмия в пробе, полученная по градуировочному графику, мкг/см^3 с учетом величины холостого опыта;

V — объем раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

5.5.1.2 Массовую долю кадмия X_1 (при дополнительном разбавлении), %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{AVV_1}{mV_2 10000}, \quad (4)$$

где A — массовая концентрация кадмия в пробе, полученная по градуировочному графику, мкг/см^3 с учетом величины холостого опыта;

V — объем раствора, см^3;

V_1 — конечный объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г;

V_2 — объем аликвоты раствора, см^3.

Результаты измерений представляют в виде $X \pm \Delta$ (при доверительной вероятности $P = 0,95$), где X — результат измерений, %;

$\pm \Delta$ — характеристика погрешности измерений, %.

5.5.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r, приведенных в таблице 1.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2.1).

5.5.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднее арифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

Библиография

[1] Технические условия ТУ 4389-001-4330709—2008 — Плита нагревательная стеклокерамическая встраиваемая LOIP LH-304

[2] Технические условия ТУ 1916-027-27208846—01 — Посуда лабораторная из стеклоуглерода марки СУ-2000

[3] Технические условия ТУ КОМП 3-091—09 — Кислота борная. Особой чистоты

[4] Технические условия ТУ 6-09-2878—84 — Реактивы. Кислота перхлорная

[5] Технические условия ТУ 2642-001-45235143—2011 — Фильтры бумажные лабораторные

УДК 622.343—15:546.77.06:006.354 ОКС 73.060.99

Ключевые слова: пыли металлургических предприятий цветной металлургии, раствор, методы измерений массовой доли кадмия, градуировочный график, диапазон измерений, показатель точности

БЗ 8—2017/105

Редактор *М.В. Терехина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 14.09.2017. Подписано в печать 06.10.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 24 экз. Зак. 1695.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru