МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения кадмия

Издание официальное

БЗ 3—99/34

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственными техническими комитетами по стандартизации МТК 501 «Никель» и МТК 502 «Кобальт», АО «Институт Гипроникель»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 21 от 30 мая 2002 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	Грузстандарт
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 17 сентября 2002 г. № 334-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13047.16—2002 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.13—81, ГОСТ 741.14—80

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения кадмия

Nickel. Cobalt.
Methods for determination of cadmium

Дата введения 2002—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционные методы определения кадмия при массовой доле от 0,00001 % до 0,0030 % в первичном никеле по ГОСТ 849, никелевом порошке по ГОСТ 9722 и кобальте по ГОСТ 123.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 123—98 Кобальт. Технические условия
ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 1467—93 Кадмий. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия
ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 13047.1—2002 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 22860—93 Кадмий высокой чистоты. Технические условия

3 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении работ — по ГОСТ 13047.1.

4 Атомно-абсорбционный метод с электротермической атомизацией

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 228,8 нм резонансного излучения атомами кадмия, образующимися в результате электротермической атомизации раствора пробы.

4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр, обеспечивающий проведение измерений с электротермической атомизацией, коррекцию неселективного поглощения и автоматизированную подачу раствора в атомизатор.

Лампа с полым катодом для возбуждения спектральной линии кадмия.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Фильтры обеззоленные по [1] или другие средней плотности.

Издание официальное

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, 1:9 и 1:19.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля с установленной массовой долей кадмия не более 0,00001 %.

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта с установленной массовой долей кадмия не более 0,00001 %.

Кадмий по ГОСТ 1467 или по ГОСТ 22860.

Растворы кадмия известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации кадмия 0,0001 г/см^3: в стакан вместимостью 250 см^3 помещают навеску кадмия массой 0,1000 г, растворяют при нагревании в 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят раствор 3—5 мин, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 50 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации кадмия 0,00001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора А и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Раствор В массовой концентрации кадмия 0,000001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора Б и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Раствор Г массовой концентрации кадмия 0,0000002 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 20 см^3 раствора В и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Для градуировочного графика 1 при определении массовых долей кадмия не более 0,00010 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3 помещают навески массой 1,000 г проб никелевого порошка или кобальта или стандартного образца состава никеля или кобальта с установленной массовой долей кадмия. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

К пробам приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании. При использовании никелевого порошка растворы фильтруют через фильтры (красная или белая лента), предварительно промытые 2—3 раза азотной кислотой, разбавленной 1:9, фильтры промывают 2—3 раза водой. Растворы выпаривают до объема 5—7 см^3, приливают 40—50 см^3 воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см^3.

В колбы отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0 см^3 раствора Г, в колбу с раствором контрольного опыта раствор кадмия не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

Масса кадмия в растворах для градуировочного графика 1 составляет 0,0000001; 0,0000002; 0,0000004; 0,0000008; 0,0000010 г.

4.3.2 Для градуировочного графика 2 при определении массовых долей кадмия свыше 0,00010 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3 помещают навески массой 0,500 г проб никелевого порошка или кобальта или стандартного образца состава никеля или кобальта с установленной массовой долей кадмия. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Пробы растворяют, как указано в 4.3.1. В мерные колбы отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см^3 раствора В, в колбу с раствором контрольного опыта раствор кадмия не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

Масса кадмия в растворах для градуировочного графика 2 составляет 0,0000005; 0,0000010; 0,0000020; 0,0000030; 0,0000040; 0,0000050; 0,0000060 г.

4.4 Проведение анализа

В стакан или колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой 1,000 г при определении массовой доли кадмия не более 0,00010 % или массой 0,500 г при определении массовой доли кадмия свыше 0,00010 %, приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до объема 5 — 7 см^3, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают и доливают до метки водой.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и соответствующих растворов для градуировки при длине волны 228,8 нм, ширине щели не более 1,0 нм с коррекцией неселективного поглощения в токе аргона не менее двух раз, последовательно вводя их в атомизатор. В зависимости от типа спектрофотометра подбирают оптимальный объем раствора от 0,005 до 0,050 см^3 или оптимальное время аэрозольного распыления от 5 до 50 с. Промывают систему водой, проверяют нулевую точку и стабильность градуировочного графика. Для проверки нулевой точки используют раствор соответствующего контрольного опыта, подготовленный, как указано в 4.3.

Подбор оптимальных температурных режимов для атомизатора проводят индивидуально для применяемого спектрофотометра по растворам для градуировки.

Рекомендуемые условия работы атомизатора указаны в таблице 1.

Таблица 1 Условия работы атомизатора

Наименование стадии	Температура, °С	Время, с
Сушка	140—160	2—20
Озоление	400—500	10—20
Атомизация	1800—2000	4—5

По значениям абсорбции растворов для градуировки и соответствующим им массам кадмия строят градуировочный график.

По значению абсорбции раствора пробы находят массу кадмия по соответствующему градуировочному графику.

4.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю кадмия в пробе X, % , вычисляют по формуле

$$X = \frac{M_x}{M} 100, \qquad (1)$$

где M_x — масса кадмия в растворе пробы, г;

M — масса навески пробы, г.

4.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 2.

Таблица 2 Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

Массовая доля кадмия	Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений d_2	Допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений d_3	Допускаемые расхождения двух результатов анализа D	Погрешность метода анализа Δ
0,000010	0,000004	0,000005	0,000008	0,000006
0,000030	0,000010	0,000012	0,000020	0,000014
0,000050	0,000020	0,000024	0,000040	0,000028
0,00010	0,00003	0,00004	0,00006	0,00004
0,00030	0,00005	0,00006	0,00010	0,00007
0,00050	0,00007	0,00009	0,00014	0,00010
0,00100	0,00015	0,00018	0,00030	0,00021
0,00200	0,00020	0,00024	0,00040	0,00028
0,0030	0,0003	0,0004	0,0006	0,0004

5 Атомно-абсорбционный метод с пламенной атомизацией (для массовых долей кадмия от 0,0002 % до 0,0030 %)

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 228,8 нм резонансного излучения атомами кадмия, образующимися в результате атомизации при введении раствора пробы в пламя ацетилен-воздух.

5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр, обеспечивающий проведение измерений в пламени ацетилен-воздух.

Лампа с полым катодом для возбуждения спектральной линии кадмия.

Ацетилен газообразный по ГОСТ 5457.

Фильтры обеззоленные по [1] или другие средней плотности.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, 1:9 и 1:19.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля с установленной массовой долей кадмия не более 0,0002 %.

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта с установленной массовой долей кадмия не более 0,0002 %.

Кадмий по ГОСТ 1467 или по ГОСТ 22860.

Растворы кадмия известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации кадмия 0,0001 г/см^3 готовят, как указано в 4.2.

Раствор Б массовой концентрации кадмия 0,00001 г/см^3 готовят, как указано в 4.2.

5.3 Подготовка к анализу

Для градуировочного графика в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3 помещают навески массой 3,000 г пробы никелевого порошка или кобальта или стандартного образца состава никеля или кобальта с установленной массовой долей кадмия. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

К пробам приливают 25—30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании. При использовании никелевого порошка растворы фильтруют через фильтры (красная или белая лента), предварительно промытые 2—3 раза азотной кислотой, разбавленной 1:9, фильтры промывают 2—3 раза горячей водой. Растворы выпаривают до объема 10—15 см^3, приливают 40—50 см^3 воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см^3.

В колбы отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 раствора Б, в колбу с раствором контрольного опыта раствор кадмия не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса кадмия в растворах для градуировки составляет 0,000005; 0,000010; 0,000020; 0,000040; 0,000060; 0,000080; 0,000100 г.

5.4 Проведение анализа

В стакан или колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой 3,000 г, приливают 25—30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, выпаривают до объема 15—20 см^3, приливают воду до 50—60 см^3, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и растворов для градуировки при длине волны 228,8 нм, ширине щели не более 1,0 нм не менее двух раз, последовательно вводя их в пламя, промывают систему водой, проверяют нулевую точку и стабильность градуировочного графика. Для проверки нулевой точки используют раствор контрольного опыта, подготовленный, как указано в 5.3.

По значениям абсорбции растворов для градуировки и соответствующим им массам кадмия строят градуировочный график.

По значению абсорбции раствора пробы находят массу кадмия по градуировочному графику.

5.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю кадмия в пробе X, % , вычисляют по формуле

$$X = \frac{M_1}{M} 100, \qquad (2)$$

где M_1 — масса кадмия в растворе пробы, г;

M — масса навески пробы, г.

5.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 2.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-09-1678—95* Фильтры обеззоленные (красная, белая, синяя ленты)

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.06:006.354 МКС 77.120.40 В59 ОКСТУ 1732

Ключевые слова: никель, кобальт, кадмий, химический анализ, массовая доля, средства измерений, реактив, проба, градуировочный график, результат анализа, погрешность, нормативы контроля

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.С. Юфина*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 01.11.2002. Подписано в печать 20.11.2002. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,65.
Тираж 256 экз. С 8574. Зак. 1023.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru