МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.24:546.48.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

Методы определения кадмия

Nickel.
Methods for the determination of cadmium

ГОСТ
13047.13—81*
Взамен
ГОСТ 13047.13—67

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 декабря 1981 г. № 5514 срок введения установлен с 01.01.82

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт устанавливает полярографический и атомно-абсорбционный методы определения кадмия при массовой доле его в никеле от 0,0002 до 0,005 %.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2247—80.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13047.1—81. Контроль точности результатов анализа осуществляют по ГСО или методом добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. МЕТОД ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в смеси соляной и азотной кислот, отделении кадмия от никеля и других элементов из 2 М раствора соляной кислоты на сильноосновном аниоките и полярографическом определении кадмия в элюате на хлоридно-аммиачном фоне в интервале потенциалов от минус 0,5 до минус 1,0 В относительно насыщенного каломельного электрода.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф со всеми принадлежностями.

Ионообменная колонка диаметром 10 мм и длиной 250 мм.

Колонку приготовляют следующим образом: анионит измельчают в фарфоровой ступке и просеиванием отбирают фракцию зернами размером 0,2—0,3 мм. В нижнюю часть колонки помещают слой стеклянной ваты. Колонку заполняют анионитом, выдержанным в растворе гидроокиси натрия в течение суток, до высоты около 150 мм. Колонку промывают 200 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 со скоростью 2 см^3/мин, затем водой до нейтральной реакции. Анионит переносят в стакан, заливают раствором гидроокиси натрия, перемешивают, снова заполняют колонку анионитом и промывают 100 см^3 раствора гидроокиси натрия, а затем водой до нейтральной реакции. Для перевода анионита в хлоридную форму через колонку пропускают 150 см^3 2 М раствора соляной кислоты со скоростью пропускания 2 см^3/мин. После каждого элюирования кадмия колонку промывают 200 см^3 воды и затем 150—200 см^3 2 М раствора соляной кислоты.

Приготовленную таким образом колонку используют от 20 до 25 раз, затем анионит необходимо регенерировать раствором соляной кислоты 1:1 и раствором гидроокиси натрия, также как и при подготовке нового анионита.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

** Переиздание (июль 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1986 г. (ИУС 10—86).*

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 1999

Кислота соляная по ГОСТ 4204—77 и растворы 1:1, 2, 0,01 и 0,001 М.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь соляной и азотной кислот 3:1, свежеприготовленная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 20 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 4 М раствор.

Натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195—77, насыщенный раствор, свежеприготовленный.

Желатин по ГОСТ 11293—89, раствор 5 г/дм^3, свежеприготовленный.

Хлоридно-аммиачный фон: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вливают 20 см^3 раствора хлористого аммония, 10 см^3 аммиака, 2 см^3 раствора сернистокислого натрия, 1 см^3 раствора желатина и разбавляют водой до метки.

Анионит слабоосновной ЭДЭ-10П.

Анионит сильноосновной, АВ-17, DOWEX 1 × 8, AMBERLITE IRA—400.

Кадмий металлический по ГОСТ 1467—93.

Стандартные растворы кадмия.

Раствор А: 0,2000 г кадмия растворяют в 30 см^3 раствора соляной кислоты 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,2 мг кадмия.

Раствор Б: 25 см^3 раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, прибавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг кадмия.

2.3. Проведение анализа

Навеску никеля массой 10 г при массовой доле кадмия в никеле до 0,001 % или 5 г при массовой доле кадмия свыше 0,001 %, помещают в стакан вместимостью 300 см^3 и растворяют в 100 см^3 или 50 см^3 смеси кислот. Одновременно растворяют вторую навеску пробы такой же массой, добавляя стандартный раствор кадмия в количестве, соответствующем ожидаемой массовой доле его в пробе. Раствор выпаривают досуха. Обмывая стенки стакана, приливают 20 см^3 соляной кислоты и вновь выпаривают почти досуха. Остаток смачивают 50 см^3 2 М раствора соляной кислоты, оставляют стоять 5 мин и затем нагревают до температуры 50 °С до растворения солей. При выделении кремниевой кислоты раствор фильтруют через двойной фильтр средней плотности и промывают горячим 0,01 М раствором соляной кислоты. Фильтрат собирают в стакан вместимостью 250 см^3. Затем раствор выпаривают почти досуха. Остаток растворяют в 50 см^3 2 М раствора соляной кислоты при умеренном нагревании. Раствор охлаждают, вводят в ионообменную колонку и пропускают со скоростью 2 см^3/мин. Стакан ополаскивают четыре раза по 5 см^3 2 М раствора соляной кислоты. Очередную порцию раствора соляной кислоты приливают только после того, как первая порция стечет до уровня анионита. Необходимо чтобы верхний слой анионита всегда был под слоем жидкости. Затем колонку промывают 150 см^3 2 М раствора соляной кислоты и вымывают кадмий 250 см^3 0,001 М раствора соляной кислоты. Элюат собирают в стакан вместимостью 400 см^3 и выпаривают до объема 5—10 см^3, а затем досуха на водяной бане.

Сухой остаток растворяют в 10,0 см^3 хлоридно-аммиачного фона и полярографируют в пределе потенциалов от минус 0,5 до минус 1,0 В относительно насыщенного каломельного электрода.

2.2, 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot h}{(H - h) \cdot m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса кадмия в добавленном стандартном растворе, г;

h — высота волны кадмия, соответствующая анализируемому раствору, мм;

H — высота волны кадмия, соответствующая анализируемому раствору с добавлением стандартного раствора, мм;

m — масса навески никеля, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля кадмия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0002 до 0,0004	0,0001
Св. 0,0004 » 0,0008	0,0002
» 0,0008 » 0,002	0,0003
» 0,002 » 0,005	0,0005

3. МЕТОД АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в азотной кислоте и измерении атомной абсорбции кадмия, или на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот, отделении кадмия от никеля на сильноосновном аниоките из 2 М раствора соляной кислоты с последующим измерением атомной абсорбции кадмия в пламени ацетилен—воздух при длине волны 228,8 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями.

Источник излучения для кадмия.

Колонка ионообменная диаметром 10 мм, длиной 250 мм, приготовленная, как указано в п. 2.2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1:1, 2 М, 0,01 М и 0,001 М.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и раствор 1:1.

Смесь соляной и азотной кислот 3:1, свежеприготовленная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 20 г/дм^3.

Анионит слабоосновной ЭДЭ-10П.

Анионит сильноосновной, АВ-17, DOWEX 1 × 8, AMBERLITE IRA—400.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722—97 с массовой долей кадмия менее 0,0003 %.

Раствор никеля: 25,0 г никелевого порошка растворяют в 250 см^3 раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Кадмий металлический по ГОСТ 1467—93.

Стандартные растворы кадмия.

Раствор А: 0,2000 г кадмия растворяют в 30 см^3 раствора соляной кислоты 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,2 мг кадмия.

Раствор Б: 25 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, прибавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг кадмия.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. При массовой доле кадмия до 0,001 % навеску никеля массой 5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 50 см^3 смеси кислот. Раствор выпаривают досуха. Обмывая стенки стакана, приливают 20 см^3 соляной кислоты и вновь выпаривают почти досуха. Сухой остаток смачивают 50 см^3 2 М раствора соляной кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.4. Элюат выпаривают до объема 5—10 см^3, затем на водяной бане досуха. Сухой остаток растворяют на водяной бане в 3 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Атомную абсорбцию кадмия измеряют в анализируемом растворе в пламени ацетилен—воздух при длине волны 228,8 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика и растворами контрольного опыта.

Концентрацию кадмия находят по градуировочному графику.

Для определения концентрации кадмия допускается использовать метод добавок.

3.1—3.3.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3.2. При массовой доле кадмия свыше 0,001 % навеску никеля массой 1 г растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты. В случае необходимости раствор фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и фильтр промывают горячей водой. Раствор в колбе охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Атомную абсорбцию кадмия измеряют, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. Для построения градуировочного графика при массовой доле кадмия до 0,001 % в пять из шести стаканов вместимостью по 100 см^3 отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг кадмия. Растворы выпаривают на водяной бане досуха. Во все стаканы добавляют по 50 см^3 2 М раствора соляной кислоты и после растворения остатков растворы вводят в ионообменные колонки и далее анализ проводят, как указано в п. 2.3. Элюат выпаривают на водяной бане досуха, прибавляют 3 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

Атомную абсорбцию кадмия измеряют в пламени ацетилен—воздух при длине волны 228,8 нм до и после измерения абсорбции кадмия в растворе анализируемой пробы.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям кадмия строят градуировочный график с введением поправки на абсорбцию раствора, не содержащего кадмий.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.4. *Построение градуировочного графика при массовой доле кадмия свыше 0,001 %*

В пять из шести мерных колб вместимостью по 100 см^3 отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг кадмия. Во все колбы добавляют по 20 см^3 раствора никеля, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию кадмия, как указано в п. 3.3.3.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C_1 - C_2}{m} \cdot V \cdot 100,$$

где C_1 — концентрация кадмия в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

C_2 — концентрация кадмия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем фотометрируемого раствора никеля, см^3;

m — масса навески никеля, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.07.99. Подписано в печать 12.08.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,53.
Тираж 132 экз. С 3494. Зак. 659.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru