

## **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 см<sup>3</sup> азотной кислоты, выпари-

*(Продолжение см. с. 52)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 741.14—80)*

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

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> помещают 50 см<sup>3</sup> раствора азотно-кислого кобальта, затем 0; 0,50; 1,00; 2,50; 5,00; 7,50; 10,00 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, что соответствует (0; 0,05; 0,10; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00) · 10<sup>-6</sup> г/см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем фотометрируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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 трибензиламина с последующей реэкстракцией».

Пункт 3.2. Первый — третий абзацы изложить в новой редакции: «Спектрофотометр или фотозлектроколориметр 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 см<sup>3</sup> отбирают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 5,00; 6,00; 8,00; 10,00 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, что соответствует (0; 0,001; 0,002; 0,004; 0,010; 0,012; 0,016; 0,020) · 10<sup>-3</sup> г кадмия, доводят объем растворов раствором соляной кислоты до 10 см<sup>3</sup>, 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.)