

ГОСТ 11120-75

Группа Л51

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

### РЕАКТИВЫ

### КАДМИЯ ОКСИД

### ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

### REAGENTS. CADMIUM OXIDE. SPECIFICATIONS

ОКП 26 1121 0330 00

Срок действия с 01.03.75  
до 01.07.93\*

\* Ограничение срока действия снято  
по протоколу Межгосударственного Совета  
по стандартизации, метрологии и сертификации  
(ИУС N 2, 1993 год). - Примечание изготовителя базы данных.

### ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Г.В.Грязнов, А.С.Мунькин

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10 февраля 1975 г. N 359

3. ВЗАМЕН ГОСТ 11120-65

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83-79	3.8.1
ГОСТ 84-76	3.8.1
ГОСТ 1770-74	3.2.1а, 3.3.1, 3.7.1, 3.9.1
ГОСТ 3118-77	3.3.1, 3.7.1
ГОСТ 3760-79	3.7.1
ГОСТ 3773-72	3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 3885-73	2.1, 3.1, 3.7.1, 4.1
ГОСТ 4160-74	3.8.1
ГОСТ 4204-77	3.7.1
ГОСТ 4212-76	3.7.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 4233-77	3.8.1
ГОСТ 4461-77	3.6, 3.9.1

ГОСТ 5457-75	3.9.1
ГОСТ 5830-79	3.7.1
ГОСТ 6262-79	3.9.1
ГОСТ 6709-72	3.3.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 9147-80	3.4, 3.8.1
ГОСТ 10398-76	3.2.1
ГОСТ 10555-75	3.6
ГОСТ 10671.5-74	3.4
ГОСТ 10671.7-74	3.5
ГОСТ 11293-78	3.7.1
ГОСТ 19627-74	3.8.1
ГОСТ 20292-74	3.2.1а, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 24104-80	3.1а
ГОСТ 25336-82	3.2.1а, 3.3.1, 3.4, 3.5, 3.6, 3.7.1, 3.9.1
ГОСТ 25664-83	3.8.1
ГОСТ 27025-86	3.1а
ГОСТ 27067-86	3.7.1
ГОСТ 27068-86	3.8.1

5. Срок действия продлен до 01.07.93 Постановлением Госстандарта СССР от 26.08.87 N 3392

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (август 1988 г.) с Изменением N 1, утвержденным в августе 1987 г. (ИУС 12-87)

Настоящий стандарт распространяется на оксид кадмия, представляющий собой коричнево-бурый кристаллический неплавкий порошок, нерастворимый в воде, легко растворимый в минеральных кислотах, на воздухе постепенно бледнеет, поглощая углекислоту и переходя в углекислый кадмий.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества.

Формула CdO.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) - 128,399.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Оксид кадмия должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям оксид кадмия должен соответствовать нормам, указанным в табл.1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 1121 0331 10	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 1121 0332 09	Чистый (ч.) ОКП 26 1121 0333 08
1. Массовая доля оксида кадмия (CdO), %, не менее	99,5	99,0	98,5
2. Массовая доля нерастворимых в соляной кислоте веществ, %, не более	0,01	0,01	0,02

3. Массовая доля сульфатов (SO <sup>4</sup> ), %, не более	0,002	0,005	0,01
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,001	0,005
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002	0,0005	0,001
6. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,002	0,002	0,01
7. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,00025	0,0005	0,001
8. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,002	0,005	0,005
9. Массовая доля суммы натрия, калия и кальция (Na+K+Ca), %, не более	0,01	0,01	0,02

Разд.1. (Измененная редакция, Изм. N 1).

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885-73.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению испытаний - по ГОСТ 27025-86.

При выполнении операций взвешивания используют лабораторные весы по ГОСТ 24104-80\* 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшими пределами взвешивания 500 г и 1 кг.

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 24104-2001. - Примечание изготовителя базы данных.

Допускается применение другой лабораторной посуды по точности и реактивов по качеству не ниже установленных настоящим стандартом.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885-73.

Масса средней пробы не должна быть менее 170 г.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.2. Определение массовой доли оксида кадмия

3.2.1а. Аппаратура

Бюретка 1-2-50-0,1 по ГОСТ 20292-74\*.

\* На территории Российской Федерации действуют ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29227-91-ГОСТ 29229-91, ГОСТ 29251-91-ГОСТ 29253-91. Здесь и далее. - Примечание изготовителя базы данных.

Колба Кн-2-250-34 по ГОСТ 25336-82.

Пипетки 6-2-10, 5-2-1 по ГОСТ 20292-74.

Цилиндр 1-100 по ГОСТ 1770-74.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

3.2.1. Определение проводят по ГОСТ 10398-76. При этом 0,2000 г продукта помещают в коническую колбу, растворяют в 2-3 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 25%, прибавляют 100 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> буферного раствора 1 и 0,4 см<sup>3</sup> раствора сульфарсазена или около 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т и титруют раствором ди-На-ЭДТА из бюретки до перехода розовой окраски раствора в лимонно-желтую или (при применении индикаторной смеси) красно-фиолетовой окраски в синюю.

3.2.2. Обработка результатов

Массовую долю оксида кадмия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,00642 \cdot 100}{m},$$

где  $V$  - объем раствора ди-На-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$m$  - масса навески препарата, г;

0,00642 - масса оксида кадмия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора ди-На-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,3%, при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Допускается проводить определение массовой доли оксида кадмия с индикаторной смесью метилтимолового синего с добавлением 10 см<sup>3</sup> раствора аммиака с массовой долей 25 %.

3.2.1, 3.2.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в соляной кислоте веществ

3.3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Стакан В-1-100 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Тигель типа ТФ с фильтром класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336-82.

Цилиндр 1-100 по ГОСТ 1770-74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор с массовой долей соляной кислоты 25%.

3.3.2. Проведение анализа

10,00 г препарата помещают в стакан, смачивают водой, растворяют при нагревании на кипящей водяной бане в 40 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный при 105-110 °С до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают 100 см<sup>3</sup> воды, нагретой до 60-70 °С, и сушат при 105-110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сухого остатка не будет превышать:

для препарата химически чистый и чистый для анализа - 1 мг,

для препарата чистый - 2 мг.

3.4. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5-74 визуально-нефелометрическим методом (способ 1)

При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 0,50 г препарата помещают в выпарительную чашку 3 (ГОСТ 9147-80), смачивают 10 см<sup>3</sup> воды и растворяют при умеренном нагревании в 3 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 25%. Полученный раствор выпаривают почти досуха на кипящей водяной бане, охлаждают до температуры окружающей среды, прибавляют 26 см<sup>3</sup> воды. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", промытый водой, нагретой до 60-70 °С, в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> (ГОСТ 25336-82). Далее определение проводят по ГОСТ 10671.5-74, не прибавляя раствор соляной кислоты с массовой долей 10%.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения, содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый - 0,01 мг SO<sub>4</sub>,

для препарата чистый для анализа - 0,025 мг SO<sub>4</sub>,

для препарата чистый - 0,05 мг SO<sub>4</sub>,

1 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 10% и те же количества реактивов.

При необходимости вводят поправку на массовую долю сульфатов в применяемом для растворения препарата объеме соляной кислоты, определяемую контрольным опытом.

3.5. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7-74 визуально-нефелометрическим методом

1,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup> (ГОСТ 25336-82), смачивают 5 см<sup>3</sup> воды и растворяют в 6 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, доводят объем раствора водой до 39 см<sup>3</sup>, прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения, содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый - 0,01 мг Cl,

для препарата чистый для анализа - 0,01 мг Cl,

для препарата чистый - 0,05 мг Cl,

6 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра

3.6. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555-75 сульфосалициловым методом с применением вместо раствора соляной кислоты с массовой долей 25% раствора азотной кислоты (ГОСТ 4461-77) с массовой долей 25%.

3,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> (ГОСТ 25336-82), смачивают 5 см<sup>3</sup> воды и растворяют при нагревании в 15 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты.

Далее определение проводят по ГОСТ 10555-75, прибавляя раствор аммиака в двойном объеме.

Через 10 мин в условиях построения градуированного графика фотометрируют анализируемый раствор по отношению к контрольному, содержащему в таком же объеме 15 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, 2 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты и 10 см<sup>3</sup> раствора аммиака.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата химически чистый - 0,006 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,015 мг,

для препарата чистый - 0,030 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

Допускается проводить определение массовой доли примеси железа роданидным методом с извлечением в спиртовой слой или спектрографическим методом.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят по ГОСТ 10555-75 сульфосалициловым методом фотометрически.

3.3-3.6. (Измененная редакция, Изм. N 1).

### 3.7. Определение массовой доли цинка

#### 3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Поляррограф ПУ-1 или любой другой, имеющий постоянноточковый режим полярографирования или потенциостат.

Воронка ВД-1-100 ХС по ГОСТ 25336-82.

Колба мерная 2-50-2 по ГОСТ 1770-74.

Пипетки 5 (6)-2-5 (10), 2-2-25, 5-2-1 (2) по ГОСТ 20292-74.

Стаканы В-1-10 ТХС или В-1 - 25 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Цилиндр 1-25 по ГОСТ 1770-74.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, раствор с массовой долей 25%.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067-86, х.ч., раствор с массовой долей 60%.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773-72, х.ч., раствор с массовой долей 20%.

Раствор буферный, готовят следующим образом: смешивают 200 см<sup>3</sup> воды, 15 см<sup>3</sup> раствора аммиака и 20 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, х.ч., раствор с массовой долей 25%.

Натрий сульфит 7-водный насыщенный раствор.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293-78\*, раствор с массовой долей 0,5%.

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 11293-89. - Примечание изготовителя базы данных.

Раствор, содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> Zn; готовят по ГОСТ 4212-76.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830-79, ч.д.а.

Жидкость промывная; готовят следующим образом: смешивают 200 см<sup>3</sup> воды, 50 см<sup>3</sup> раствора роданистого аммония и 0,5 см<sup>3</sup> серной кислоты

### 3.7.2. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют в 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты. Раствор выпаривают почти досуха; остаток растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды и переносят в мерную колбу. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

25 см<sup>3</sup> полученного раствора (соответствует 0,50 г препарата) помещают в делительную воронку, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора роданистого аммония, 0,05 см<sup>3</sup> серной кислоты и 10 см<sup>3</sup> изоамилового спирта. Содержимое воронки энергично встряхивают в течение 2 мин и оставляют стоять до полного расслаивания жидкостей. Нижний слой отбрасывают, а верхний слой изоамилового спирта трижды промывают промывной жидкостью (каждый раз по 10 см<sup>3</sup>), встряхивая в течение 1-1,5 мин. Для реэкстракции цинка к промытому экстракту в воронку приливают 15 см<sup>3</sup> буферного раствора<sub>3</sub> и встряхивают в течение 2 мин. После расслаивания фаз водную фазу тщательно отделяют, переносят в стакан вместимостью 25 см<sup>3</sup> и кипятят в течение 2 мин. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу, добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора аммиака, 3 см<sup>3</sup> насыщенного раствора 7-водного сульфита натрия и 0,5 см<sup>3</sup> раствора желатина. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают (раствор А). По истечении 15 мин помещают 25 см<sup>3</sup> полученного раствора А в полярографическую ячейку и полярографируют (в качестве индикаторного электрода используют ртутный капаящий электрод). Потенциал полувысолы цинка находится около минус 1,33 В.

К оставшимся 25 см<sup>3</sup> раствора А прибавляют 0,02 мг Zn и полярографируют при тех же условиях.

### 3.7.3. Обработка результатов

Массовую долю цинка ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{h \cdot m_1 \cdot 100}{(h_1 - h) \cdot m}$$

где  $h$  - высота волны препарата, мм;

$h_1$  - высота волны препарата с добавкой цинка, мм;

$m_1$  - масса добавленного цинка, мг;

$m$  - масса навески препарата, мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,001% для препарата химически чистый и чистый для анализа и 0,002% для препарата чистый, при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

При разногласиях в оценке массовой доли цинка анализ проводят полярографическим методом.

3.7.1-3.7.3. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.8. Определение массовой доли меди, свинца

3.8.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрограф типа ИСП-22, ИСП-28 или ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели.

Генератор дуги переменного тока типа ДГ-1 или ДГ-2.

Микрофотометр типа МФ-2 или МФ-4.

Спектропроектор с 20-кратным увеличением.

Пипетки 4 (5)-2-2 и 6 (7)-2-10 по ГОСТ 20292-74.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147-80.

Электроды угольные спектрально-чистые, диаметром 6 мм, верхний электрод с плоской разрядной поверхностью, нижний электрод с цилиндрическим кратером диаметром 3,2 мм, глубиной 7 мм.

До проведения анализа угли обжигают в течение 2 мин при силе тока 10 А и проверяют их в спектрах линии меди 324,754 нм и свинца 283,307 нм.

Фотопластинки спектральные типа "Панхром", светочувствительностью 100 отн. единиц.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773-72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Кадмия оксид по настоящему стандарту, х.ч., не содержащий примесей меди и свинца или с минимальным их содержанием, определенным спектрографическим методом добавок.

Растворы, содержащие 1 мг/см<sup>3</sup> Cu и Pb, готовят по ГОСТ 4212-76 (растворы А). Соответствующим разбавлением готовят растворы, содержащие 0,1 мг/см Cu или Pb (растворы Б).

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627-74.

Калий бромистый по ГОСТ 4160-74.

Метол (параметиламинофенолсульфат) по ГОСТ 25664-83.

Натрий сульфит 7-водный.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068-86.

Натрий углекислый по ГОСТ 83-79 или натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84-76.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77, раствор, содержащий 10 мг/см<sup>3</sup>.

Проявитель метолгидрохиноновый, готовят из двух растворов следующим образом: раствор 1-2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г 7-водного сульфата натрия растворяют в воде, доводят объем водой до 1 дм<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, фильтруют; раствор 2-16 г углекислого натрия или 40 г 10-водного углекислого натрия и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, фильтруют.

Растворы 1 и 2 смешивают в равных объемах.

Фиксаж быстросействующий, готовят следующим образом: 500 г серноватисто-кислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 дм<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, фильтруют.

### 3.8.2. Приготовление растворов сравнения

Для приготовления каждого раствора сравнения 20,00 г оксида кадмия, не содержащего определяемых примесей или содержание примесей в котором известно, помещают в выпарительную чашку, прибавляют указанные в табл.2 объемы Cu и Pb в виде растворов А и Б, перемешивают и подсушивают под инфракрасной лампой после добавления каждой примеси. Затем прокаливают в муфельной печи при 400 °С в течение 10 мин, охлаждают, переносят в ступку из винилпласта или органического стекла и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора, см <sup>3</sup>				Массовая доля примеси в пересчете на препарат, %	
	А		Б		Cu	Pb
	Cu	Pb	Cu	Pb		
1	-	-	0,5	4,0	0,00025	0,002
2	0,1	1,0	-	-	0,0005	0,005
3	0,2	2,0	-	-	0,001	0,01

При необходимости для приготовления растворов сравнения учитываются массовые доли меди и свинца в оксиде кадмия, используемом в качестве основы.

3.8.1, 3.8.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

### 3.8.3. Рекомендуемые условия анализа

Сила тока, А	8±0,5
Напряжение, В	200-220
Ширина щели спектрографа, мм	0,018
Экспозиция, с	30.

### 3.8.4. Проведение анализа

После обжига электродов и их охлаждения в кратер нижнего электрода вносят 0,15 г анализируемого препарата и 2 капли раствора хлористого натрия. Так же поступают с растворами сравнения. Угли подсушивают под инфракрасной лампой или в сушильном шкафу. Спектры анализируемой пробы и растворов сравнения снимают на одной пластинке не менее трех раз.

### 3.8.5. Обработка результатов

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают на воздухе. Затем проводят фотометрирование спектральных линий, измеряя почернение аналитических линий: Cu 324, 754 нм, Pb 283, 307 нм и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой.

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений ( $\Delta S$ ) по формуле

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

где  $S_{л+ф}$  - почернение линии + фона;

$S_{ф}$  - почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое ( $\Delta S'$ ).

По значениям  $\Delta S'$  растворов сравнения строят градуировочный график для каждой определяемой примеси, откладывая по оси абсцисс логарифмы концентраций, а по оси ординат средние арифметические значения разности почернений ( $\Delta S'$ ).

Массовую долю каждой примеси в анализируемой пробе находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, абсолютное значение расхождения между наиболее отличающимися значениями которых не превышает значения допустимого расхождения, равного указанному в табл.3, при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Таблица 3

Определяемые примеси	Массовая доля примесей, %	Допускаемые расхождения, абс. %
Свинец	От 0,001 до 0,005	0,001
Медь	До 0,0003	0,00006
	Св. 0,0003 до 0,0005	0,0001
	Св. 0,0005 до 0,001	0,0003

Допускается проводить определение массовой доли меди с диэтилдитиокарбаматом натрия или диэтилдитиокарбаматом свинца, а определение массовой доли свинца допускается проводить полярографическим методом или методом с применением хромата.

При разногласиях в оценке массовых долей меди и свинца анализ проводят спектральным методом.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

### 3.9. Определение массовой доли натрия, калия, кальция

#### 3.9.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотометр пламенный или спектрофотометр ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем и спектрофотометр "Сатурн"; допускается использование других приборов, аналогичных чувствительности и точности.

Горелка.

Распылитель.

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Колба мерная 2-100-2 по ГОСТ 1770-74.

Пипетка 6 (7)-2-10 по ГОСТ 20292-74.

Цилиндр 1-50 по ГОСТ 1770-74.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457-75.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе или вода деминерализованная.

Кадмий азотнокислый 4-водный по ГОСТ 6262-79.

Массовая доля примесей в азотнокислом кадмии учитывается при приготовлении растворов сравнения.

Растворы, содержащие  $1 \text{ мг/см}^3$  Na, K, Ca, готовят по ГОСТ 4212-76.

Соответствующим разбавлением получают раствор, содержащий  $0,1 \text{ мг/см}^3$  натрия и калия (раствор А) и  $0,1 \text{ мг/см}^3$  кальция (раствор Б).

Все исходные растворы и растворы сравнения следует хранить в полиэтиленовой или кварцевой посуде. 3.9.2. Приготовление растворов сравнения

Для приготовления каждого раствора сравнения взвешивают 12,01 г азотнокислого кадмия (соответствуют 5 г препарата), не содержащего определяемых примесей или с известным их содержанием, помещают в мерную колбу, приливают  $50 \text{ см}^3$  воды и добавляют указанные в табл.4 объемы Na, K и Ca в виде растворов А и Б.

Содержимое колб перемешивают, доводят объемы водой до метки и снова перемешивают.

Таблица 4

Номер раствора сравнения	Объем раствора, см <sup>3</sup>		Масса примесей в 100 см <sup>3</sup> раствора сравнения, мг			Массовая доля примесей в пересчете на препарат, %		
	А	Б	Na	K	Ca	Na	K	Ca
	Na+K	Ca						
1	1,0	2,0	0,1	0,1	0,2	0,002	0,002	0,004
2	2,5	2,5	0,25	0,25	0,25	0,005	0,005	0,005
3	4,0	5,0	0,40	0,40	0,50	0,008	0,008	0,01

### 3.9.3. Подготовка к анализу

5,00 г препарата помещают в коническую колбу, приливают  $15 \text{ см}^3$  азотной кислоты и растворяют при нагревании.

Полученный раствор упаривают до  $\frac{1}{3}$  объема, добавляют  $50 \text{ см}^3$  воды, количественно переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

3.9.1-3.9.3. (Измененная редакция, Изм. N 1).

### 3.9.4. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок. После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания содержания примеси натрия или калия, или кальция. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примеси, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора. После

каждого измерения распыляют воду.

При фотометрировании анализируемых растворов и растворов сравнения вносят поправку на фон, полученный при фотометрировании воды.

При работе с ацетиленом следует строго руководствоваться инструкцией по технике безопасности.

### 3.9.5. Обработка результатов

По полученным значениям для растворов сравнения строят градуировочный график для каждой определяемой примеси, откладывая по оси ординат значения интенсивности излучения, а по оси абсцисс - массовые доли примесей натрия, калия или кальция в процентах.

Массовую долю каждой примеси в анализируемой пробе находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного указанному в табл.5, при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если суммарная массовая доля натрия, калия и кальция не будет превышать установленной нормы.

Таблица 5

Определяемые примеси	Массовая доля примесей, %	Допускаемые расхождения, абс, %
Натрий, калий	От 0,01 до 0,02	0,008
Кальций	Св. 0,02 до 0,05	0,01

(Измененная редакция, Изм. N 1).

## 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с требованиями ГОСТ 3885-73.

Вид и тип тары: 2-4, 2-1 и 2-9.

Группа фасовки III, IV, V, VI, VII (до 15 кг).

(Измененная редакция, Изм. N 1).

4.2. Препарат транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в закрытой таре в крытых складских помещениях.

## 5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие оксида кадмия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата - 3 года со дня изготовления.

Разд.5. (Измененная редакция, Изм. N 1).

## 6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Все соединения кадмия ядовиты при вдыхании их в любом виде (пыль, туман, дым, пар) и при приеме внутрь.

6.2. Оксид кадмия при попадании в организм вызывает раздражение слизистых оболочек носа, глотки и глубоких дыхательных путей, головную боль, головокружение, тошноту. Затем развивает трахеит, бронхиолит с приступами болезненного судорожного кашля, отек легких, эмфизему с признаками кислородной недостаточности. При хроническом отравлении поражаются желудочно-кишечный тракт, почки, печень.

6.3. Работу с оксидом кадмия производить под тягой при работающей вытяжной вентиляции в респираторе марки Ф-45, Ф-46, резиновых перчатках, спецодежде и переднике.

6.4. Кадмий и его неорганические соединения - вещества первого класса опасности. Предельно допустимая концентрация кадмия и его неорганических соединений в воздухе рабочей зоны  $0,1/0,01 \text{ мг/м}^3$  (в знаменателе указана среднесменная ПДК). ПДК кадмия в воде хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения -  $0,001 \text{ мг/дм}^3$ .

(Измененная редакция, Изм. N 1).

Электронный текст документа  
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:  
официальное издание  
М.: Издательство стандартов, 1988