МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАДМИЙ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Метод определения содержания ртути

ГОСТ 19674—74

Cadmium of high puriti.
Method for the determination of mercury content

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.75

Настоящий стандарт распространяется на кадмий, содержащий не менее 99,9997 % кадмия, и устанавливает колориметрический метод определения содержания ртути (при содержании ртути от $4 \cdot 10^{-5}$ % до $2 \cdot 10^{-4}$ %).

Метод основан на колориметрическом определении ртути по обесцвечиванию желтого комплекса диэтилдитиокарбамината меди в четыреххлористом углероде за счет вытеснения ртутью меди из этого комплекса и образования бесцветного диэтилдитиокарбамината ртути. Определению мешает серебро. Его предварительно осаждают в виде хлорида.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 12072.0.

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют методом стандартной добавки.

Содержание ртути в добавке (стандартном растворе) должно составлять 50—100 % ее содержания в анализируемом материале, но в сумме не превышать значения $2 \cdot 10^{-4}$ %. Величину добавки определяют по разности $\overline{C}_2 - \overline{C}_1$, где $\overline{C}_1$ и $\overline{C}_2$ — результаты анализа пробы C_1 и пробы с добавкой C_2, рассчитанные как среднеарифметическое трех параллельных определений.

Результат анализа считается правильным, если найденная величина добавки отличается от расчетного значения не более чем на 0,00004 %.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.3. Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 22860.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Пробирки стеклянные из бесцветного стекла с плоским дном и пробками на шлифах, диаметром 10—12 мм, длиной 150 мм.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, насыщенный раствор и раствор c ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$) = 0,2 моль/дм³; готовят следующим образом: 27,2 г уксуснокислого натрия растворяют в 200—300 см³ воды и разбавляют до 1 дм³ дистиллированной водой.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Метиловый оранжевый, 0,1 %-ный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор $c(CH_3COOH)$ = 0,2 моль/дм³; готовят следующим образом: 11,5 см³ ледяной уксусной кислоты разбавляют до 1 дм³ водой.

Ацетатный буферный раствор, pH 4; готовят следующим образом: к 800 см³ раствора уксусной кислоты 0,2 моль/дм³ прибавляют 200 см³ раствора уксуснокислого натрия 0,2 моль/дм³.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, 1 %-ный водный раствор.

Аммиак по ГОСТ 3760.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Диэтилдитиокарбаминат меди; готовят следующим образом: 40 мг сернокислой меди, растворенной в 50 см³ воды, помещают в делительную воронку. Подщелачивают аммиаком до образования аммиачного комплекса меди, приливают 4,5 см³ 1 %-ного раствора диэтилдитиокарбамината натрия и экстрагируют порциями по 20—25 см³ четыреххлористого углерода до получения бесцветного экстракта. Органический слой собирают в другую делительную воронку и промывают 2—3 раза водой объемом по 20—30 см³. Отмытый раствор диэтилдитиокарбамината меди разбавляют в мерной колбе вместимостью 500 см³ четыреххлористым углеродом. Запасной раствор в темной склянке с притертой пробкой можно хранить длительное время. Рабочий раствор готовят в день применения разбавлением данного раствора примерно в 10 раз четыреххлористым углеродом.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Стандартные растворы ртути; готовят следующим образом: взвешивают каплю металлической ртути (0,1000—0,2000 г) и растворяют ее при слабом нагревании (не кипятить) в 10 см³ азотной кислоты. Нагревают раствор до удаления оксидов азота, разбавляют водой до 50 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Затем доводят объем в мерной колбе водой до метки и перемешивают.

Разбавлением водой готовят раствор, содержащий 1 мкг ртути в 1 см³. Разбавленный раствор готовят в день применения.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску 5,000 г кадмия марки Кд 000 растворяют при слабом нагревании в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, добавляя ее небольшими порциями. Затем приливают 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и осторожно выпаривают до начала выпадения солей. Стенки колбы обмывают водой и снова выпаривают до начала выпадения солей. Последнюю операцию повторяют еще раз. Приливают 10 см³ воды для растворения выпавших солей, 0,2 г хлористого натрия и фильтруют (при необходимости) раствор в делительную воронку. Затем нейтрализуют до pH 4 насыщенным раствором уксуснокислого натрия по метиловому оранжевому, разбавляют до 50 см³ ацетатным буферным раствором, имеющим pH около 4 и прибавляют 2 см³ рабочего раствора диэтилдитиокарбамината меди. Содержимое воронки встряхивают 1 мин. После отстаивания органический слой сливают в сухую стеклянную пробирку со шлифом. Сравнивают окраску полученного раствора с окраской шкалы стандартных растворов ртути.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Приготовление шкалы стандартных растворов.

В конические колбы вместимостью по 100 см³ помещают 2; 4; 6; 8 и 10 см³ стандартного раствора ртути, содержащего 1 мкг ртути в 1 см³. Разбавляют ацетатным буферным раствором до 10—20 см³.

Содержимое колб последовательно переносят в делительную воронку. Колбы обмывают водой и разбавляют до 50 см³ тем же ацетатным буферным раствором, затем приливают 2 см³ рабочего раствора диэтилдитиокарбамината меди, встряхивают тщательно 1 мин и после отстаивания сливают органический слой в стеклянную пробирку со шлифом.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю ртути (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m_2 \cdot 10000},$$

где m_1 — количество ртути в пробирке, окраска которой совпала с окраской пробы, мкг;

m_2 — навеска пробы, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов трех параллельных определений.

4.2. Разность большего и меньшего из трех результатов параллельных определений и разность двух результатов анализа с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должна превышать 0,00004 %.

4—4.2 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. При определении ртути в кадмии высокой чистоты используются следующие химические реактивы, оказывающие вредное действие на организм человека: четыреххлористый углерод, ртуть, аммиак, серная и азотная кислоты.

При работе с названными веществами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.007.

Кадмий и его неорганические соединения токсичны, относятся к веществам 1-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007. Эти вещества чрезвычайно опасные, оказывающие на человека общетоксическое действие. ПДК кадмия и его неорганических соединений в воздухе рабочей зоны — 0,05/0,01 мг/м^3.

Металлический кадмий пожаровзрывобезопасен.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.2. Химические реактивы, применяемые для анализа, должны храниться в шкафах или боксах, оборудованных вентиляцией, в упакованном виде.

Пробы кадмия, поступившие на анализ, хранят в пакетах из плотной бумаги в специальном шкафу.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны — по ГОСТ 12.1.005.

5.4. Определение концентрации вредных веществ — по методикам, утвержденным Минздравом СССР.

5.3, 5.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

5.5. Химическая лаборатория должна иметь общую приточно-вытяжную вентиляцию по ГОСТ 12.4.021.

5.6. Все электроустановки и электроаппаратура, используемые при производстве анализов, должны соответствовать правилам устройства электроустановок, утвержденным Госэнергонадзором, и ГОСТ 12.2.007.0.

Условия электробезопасности на рабочих местах должны соответствовать ГОСТ 12.1.019, правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей и правилам техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденным Госэнергонадзором.

5.7. Для предотвращения загрязнения сточных вод и воздушного бассейна токсичными веществами утилизация, обезвреживание и уничтожение отходов от производства анализов производятся в соответствии с санитарными правилами, утвержденными Минздравом СССР.

5.5—5.7. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.8. Все работы по проведению анализов необходимо выполнять в сухой исправной спецодежде и предохранительных приспособлениях (хлопчатобумажный халат по ГОСТ 12.4.132, резиновые перчатки по ГОСТ 3, защитные очки по ГОСТ 12.4.013*, респираторы по ГОСТ 12.4.041) согласно типовым отраслевым нормам бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений рабочим и служащим предприятий цветной металлургии.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.9. Средства защиты и спецодежду следует использовать согласно правилам выдачи, хранения и использования спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений по ГОСТ 12.4.011.

5.10. Лица, занятые анализом кадмия, должны обеспечиваться молоком или заменяющими его пищевыми продуктами согласно правилам бесплатной выдачи молока или других равноценных продуктов рабочим и служащим, занятым в производствах, цехах, на участках и других подразделениях с вредными условиями труда.

5.11. Организация обучения работающих требованиям безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

Требования к профессиональному отбору и проверке знаний работающих — по ГОСТ 12.3.002.

5.9—5.11. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.12. Лабораторные помещения должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.4.013—97.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 05.04.74 № 810**

3. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3—88	5.8
ГОСТ 12.0.004—90	5.11
ГОСТ 12.1.004—91	5.12
ГОСТ 12.1.005—88	5.3
ГОСТ 12.1.007—76	5.1
ГОСТ 12.1.019—79	5.6
ГОСТ 12.2.007.0—75	5.6
ГОСТ 12.3.002—75	5.11
ГОСТ 12.4.009—83	5.12
ГОСТ 12.4.011—89	5.9
ГОСТ 12.4.013—85	5.8
ГОСТ 12.4.021—75	5.5
ГОСТ 12.4.041—2001	5.8
ГОСТ 12.4.132—83	5.8
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 199—78	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4165—78	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4658—73	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 8864—71	2
ГОСТ 12072.0—79	1.1
ГОСТ 14262—78	2
ГОСТ 20288—74	2
ГОСТ 22860—93	1.3

4. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

5. **ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в марте 1984 г., марте 1989 г. (ИУС 6—84, 6—89)**

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 1467—93	Кадмий. Технические условия	3
ГОСТ 24231—80	Цветные металлы и сплавы. Общие требования к отбору и подготовке проб для химического анализа	10
ГОСТ 25086—87	Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа	15
ГОСТ 12072.0—79	Кадмий. Общие требования к методам анализа	19
ГОСТ 12072.1—79	Кадмий. Методы определения таллия	23
ГОСТ 12072.2—79	Кадмий. Методы определения железа	28
ГОСТ 12072.3—79	Кадмий. Методы определения цинка	33
ГОСТ 12072.4—79	Кадмий. Методы определения меди	38
ГОСТ 12072.5—79	Кадмий. Метод определения мышьяка	43
ГОСТ 12072.6—79	Кадмий. Методы определения сурьмы	46
ГОСТ 12072.7—79	Кадмий. Методы определения олова	52
ГОСТ 12072.8—79	Кадмий. Методы определения никеля	56
ГОСТ 12072.10—79	Кадмий. Методы определения свинца	60
ГОСТ 17262.1—78	Кадмий. Метод спектрального определения меди, никеля, свинца и таллия	65
ГОСТ 17262.3—78	Кадмий. Метод спектрального определения мышьяка, сурьмы и олова	70
ГОСТ 17262.4—78	Кадмий. Метод спектрографического определения цинка и железа	72
ГОСТ 22860—93	Кадмий высокой чистоты. Технические условия	76
ГОСТ 23116.0—83	Кадмий высокой чистоты. Общие требования к методам спектрального анализа	82
ГОСТ 23116.1—78	Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения алюминия, висмута, железа, индия, кобальта, меди, марганца, мышьяка, никеля, олова, свинца, сурьмы и серебра	85
ГОСТ 23116.2—78	Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения ртути	92
ГОСТ 23116.3—78	Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения железа, меди, никеля, олова и свинца	95
ГОСТ 23116.4—78	Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения цинка	98
ГОСТ 23116.5—78	Кадмий высокой чистоты. Химико-спектральный метод определения таллия	101
ГОСТ 19674—74	Кадмий высокой чистоты. Метод определения содержания ртути	104

КАДМИЙ

Технические условия
Методы анализа

БЗ 10—2001

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 25.09.2002. Подписано в печать 04.11.2002. Формат 60 × 84 1/8.
Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 12,56. Уч.-изд.л. 10,50.
Тираж 300 экз. Зак. 2721. Изд. № 2950/2. С 8261.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru