8421-79

8421-79
Изм. 1+

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КАДМИЙ ЙОДИСТЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 8421—79

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленности

ИСПОЛНИТЕЛИ

Г. В. Грязнов, А. С. Мунькин, Т. Г Манова, И. Л. Ротенберг, Л. Н. Серебрякова, З. М. Ривина, Л. В. Кидиярова, А. М. Савельева, В. А. Макаров, Л. В. Бряник

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии **В. Ф. Ростунов**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17 января 1979 г. № 124

Редактор А. С. Пшеничная
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *В. М. Смирнова*

Сдано в наб. 29.01.79 Подп. в печ. 01.03.79 0,75 п. л. 0,52 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 108

УДК 546.48'151-41 : 006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КАДМИЙ ЙОДИСТЫЙ

Технические условия

Reagents. Cadmium iodide. Specifications

ГОСТ 8421—79

Взамен ГОСТ 8421—71

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17 января 1979 г. № 124 срок действия установлен

с 01.01. 1980 г.
до 01.01. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на реактив — йодистый кадмий, представляющий собой белые блестящие чешуйчатые кристаллы; легко растворим в воде, растворим в спирте, эфире, аммиаке; слабо растворим в ацетоне.

Формула CdJ_2.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 366,21.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По физико-химическим показателям йодистый кадмий должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.)	Чистый (ч.)
1 Массовая доля йодистого кадмия (CdJ_2), %, не менее	99,8	99,3
2 Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,01

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

©Издательство стандартов, 1979

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.)	Чистый (ч.)
3 Массовая доля свободного йода и йодатов (JO_3), %, не более	0,0005	Не нормируется
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,001	0,005
5. Массовая доля хлоридов и бромидов (Cl), %, не более	0,003	0,005
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0005
7. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,001	0,002
8. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,002	0,02
9. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,002	0,004
10. Массовая доля натрия, калия, кальция и магния (Na+K+Ca+Mg), %, не более	0,007	0,01
11 pH 5%-ного раствора препарата, не ниже	5,5	Не нормируется

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Все соединения кадмия ядовиты при вдыхании их в любом виде (пыль, туман, дым, пар) и при попадании внутрь. Соединения кадмия относятся ко 2-му классу опасности (ГОСТ 12.1.007—76). Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны производственных помещений в пересчете на CdO составляет 0,1 мг/м³. При превышении предельно допустимой концентрации йодистый кадмий может вызвать острые и хронические отравления с поражением жизненно важных органов и систем. Прижигающе действует на кожу, возможно всасывание.

2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, резиновые перчатки, спецодежду, фартуки, защитные очки), а также соблюдать правила личной гигиены.

Не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу.

2.3. Должна быть обеспечена максимальная герметизация технологического оборудования.

2.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией, а места наибольшего пыления — укрытиями с местной вытяжной вентиляцией. Анализ препарата необходимо проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

2.5. При проведении анализа препарата с использованием горючего газа следует соблюдать правила противопожарной безопасности.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 300 г.

4.2. Определение массовой доли йодистого кадмия проводят по ГОСТ 10398—76. При этом около 0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, растворяют при перемешивании в 100 мл воды и далее определение проводят комплексонометрическим методом.

Для установления коэффициента молярности 0,05М раствора трилона Б допускается использовать кадмий марки Кд-0А; масса навески кадмия для приготовления 1 л 0,05М раствора - 5,6200 г.

Масса йодистого кадмия, соответствующая 1 мл точно 0,05М раствора трилона Б — 0,01831 г.

4.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 9775—69, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

4.3.2. *Проведение анализа*

50 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 400 500 мл, растворяют в 200 мл горячей воды и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г. Остаток на фильтре промывают 100 мл горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105 110°С до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа — 1,5 мг,

для препарата чистый — 5,0 мг.

4.4. Определение массовой доли свободного йода и йодатов

4.4.1. *Реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кадмий йодистый, не содержащий йодатов, проверенный в условиях данной методики.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, х. ч., 10%-ный раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,5%-ный раствор, свежеприготовленный.

Раствор, содержащий JO_3; готовят по ГОСТ 4212—76.

4.4.2. *Проведение анализа*

2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 мл, прибавляют 15 мл воды, растворяют при перемешивании, прибавляют 10 мл раствора лимонной кислоты, 1 мл раствора крахмала и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 1—2 мин сиреневая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме для препарата чистый для анализа 2 г йодистого кадмия, не содержащего йодатов, 0,01 мг JO_3, 10 мл раствора лимонной кислоты и 1 мл раствора крахмала.

4.5. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 мл (с меткой на 50 мл), растворяют в 40 мл воды и, если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый горячей водой. Далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 3).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг SO_4,

для препарата чистый — 0,25 мг SO_4,

1 мл 25%-ного раствора соляной кислоты и 3 мл раствора хлористого бария.

4.6. Определение массовой доли хлоридов и бромидов

4.6.1. *Реактивы и растворы*

Бумага йодкрахмальная; готовят по ГОСТ 4517—75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., 25%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., разбавленная 1 : 4.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, х. ч., дважды перекристаллизованный (массовая доля хлоридов и бромидов в нем должна быть менее 0,002%), 10%-ный раствор.

Раствор, содержащий Cl; готовят по ГОСТ 4212—76.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1 н. раствор.

4.6.2. *Проведение анализа*

0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 мл (с меткой на 40 мл),

растворяют при перемешивании в 20 мл воды, прибавляют 10 мл раствора серной кислоты, 3 мл раствора азотистокислого натрия и кипятят до полного удаления окислов азота и йода (проба с йодкрахмальной бумагой), поддерживая постоянный объем добавлением воды. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают еще 2 мл раствора азотистокислого натрия и кипятят до полного удаления окислов азота и йода (проба с йодкрахмальной бумагой), поддерживая постоянный объем добавлением воды.

Полученный раствор охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и, если раствор мутный, его фильтруют через плотный фильтр, трижды промытый горячей водой. Затем прибавляют 2 мл раствора азотной кислоты, 1 мл раствора азотнокислого серебра и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 20 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым таким же образом, в таких же условиях, и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,015 мг Cl,

для препарата чистый — 0,025 мг Cl,

10 мл раствора серной кислоты, 5 мл раствора азотистокислого натрия, 2 мл раствора азотной кислоты и 1 мл раствора азотнокислого серебра.

4.7. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 мл (с меткой на 50 мл), растворяют в 30 мл воды, прибавляют 1 мл 25%-ного раствора соляной кислоты и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг,

для препарата чистый — 0,005 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

4.8. Определение массовой доли магния, меди и свинца

4.8.1. *Приборы, реактивы и растворы*

Спектрограф ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем.

Спектропроектор типа ПС-18.

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

Микрофотометр типа МФ-2 или МФ-4.

Угли графитированные для спектрального анализа марки ОС.Ч. 7—3 (электроды угольные) диаметром 6 мм; верхний электрод заточен на конус, нижний электрод (анод) — в виде цилиндра диаметром 4 мм, высотой 10 мм, с цилиндрическим каналом диаметром 2 мм, глубиной 7 мм.

Фотопластинки спектральные типа II, чувствительностью 15 отн. ед.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74.

Кадмий йодистый, не содержащий примеси определяемых элементов или с минимальным их содержанием, которое определяют методом добавок в условиях данной методики и учитывают при построении градуировочного графика.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Метол (пара-метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 5.1177—71.

Натрий сернистокислый 7-водный по ГОСТ 429—76.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75.

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

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом: раствор А—2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г сернистокислого натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют; раствор Б—16 г безводного углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора до 1 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют. Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах.

Фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

Растворы, содержащие Mg, Cu, Pb; готовят по ГОСТ 4212—76.

4.8.2. *Подготовка к анализу*

4.8.2.1. *Приготовление анализируемой пробы*

2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в ступку из органического стекла и тщательно растирают. Подготовленную пробу набивают в кратер нижнего электрода.

4.8.2.2. *Приготовление образцов для построения градуировочного графика*

Для приготовления каждого образца 10 г йодистого кадмия, не содержащего определяемых примесей, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в кварцевую чашку вместимостью

100 мл и прибавляют указанные в табл. 2 количества Mg, Cu и Pb (в виде растворов с концентрацией 0,1 и 1 мг/мл).

Содержимое чашки высушивают в сушильном шкафу при 200°С в течение 30 мин, охлаждают, количественно переносят в ступку из органического стекла и тщательно перемешивают в течение 4 ч. Каждый образец плотно набивают в кратер нижнего электрода.

Таблица 2

Номер образца	Введено в образец с шихтой добавок, мг			Массовая доля примесей в пересчете на препарат, %		
	Cu	Pb	Mg	Cu	Pb	Mg
1	0,05	0,2	0,05	0,0005	0,002	0,0005
2	0,1	0,5	0,1	0,001	0,005	0,001
3	0,2	1,0	0,2	0,002	0,010	0,002
4	0,4	2,0	0,4	0,004	0,020	0,004

4.8.3. *Проведение анализа*

Анализ проводят в дуге переменного тока при условиях, указанных ниже.

Сила тока, А	8±0,5
Ширина щели спектрографа, мм	0,01
Высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм	3,2
Дуговой промежуток, мм	2
Экспозиция, с	30

Спектры анализируемой пробы и образцов снимают на одной фотопластинке не менее трех раз, ставя каждый раз новую пару электродов. Щель открывают до зажигания дуги.

4.8.4. *Обработка результатов*

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют, снова промывают и высушивают на воздухе.

Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий определяемых примесей и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой, по соответствующей ступени ослабителя (нм):

Mg 279,55; Cu— 327,39; Pb—283,31.

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений ΔS 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 значение $\Delta S'$ для каждого элемента. По значениям $\Delta S'$ образцов для построения градуировочного графика для каждого определяемого элемента строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций, на оси ординат — средние арифметические значения разности почернений ($\Delta S'$).

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 30% относительно вычисляемой величины.

4.9. Определение массовой доли цинка проводят по ГОСТ 22001—76 атомно-абсорбционным методом. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 1 г анализируемого препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 3

Номер раствора	Введено в раствор сравнения цинка в виде добавок, мг/50 мл	Массовая доля цинка в растворе сравнения в пересчете на препарат, %
1	0,02	0,002
2	0,04	0,004
3	0,06	0,006

Затем в три мерные колбы вместимостью 50 мл каждая помещают по 1 г йодистого кадмия, не содержащего цинка, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 30 мл воды и прибавляют указанные в табл. 3 количества цинка (в виде растворов с концентрацией 0,01 и 0,1 мг/мл). Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

4.10. Определение массовой доли натрия, калия и кальция

4.10.1. *Приборы, оборудование, реактивы и растворы*

Фотометр пламенный, а также спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 (или универсального монохроматора УМ-2) с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1 или спектрофотометр типа «Сатурн» в эмиссионном режиме.

Фотоумножители типа ФЭУ-22 и ФЭУ-17.

Горелка газовая.

Распылитель.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

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

Воздух для питания приборов по ГОСТ 11882—73.

Раствор, содержащий Na, K и Ca; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением и смешением готовят раствор с концентрацией по 0,1 мг/мл.

Кадмий йодистый, не содержащий определяемых примесей; или с минимальным их содержанием, которое определяют методом добавок в условиях данной методики и учитывают при построении градуировочного графика.

Все растворы и воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

4.10.2. *Подготовка к анализу*

4.10.2.1. *Приготовление анализируемых растворов*

5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 50 мл воды, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

4.10.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

Для приготовления каждого раствора сравнения 5 г йодистого кадмия, не содержащего определяемых примесей, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 50 мл воды и прибавляют указанные в табл. 4 количества Na, K и Ca (в виде раствора с концентрацией по 0,1 мг/мл). Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают.

Таблица 4

Номер раствора сравнения	Введено в раствор сравнения в виде добавок, мг/100 мл			Массовая доля элемента в растворе сравнения в пересчете на препарат, %		
	Na	K	Ca	Na	K	Ca
1	0,05	0,05	0,05	0,001	0,001	0,001
2	0,10	0,10	0,10	0,002	0,002	0,002
3	0,25	0,25	0,25	0,005	0,005	0,005

4.10.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий (нм): Na—588,99—589,59; K—766,49—769,89 и Ca—422,67, возникающих в спектре пламени ацетилен—воздух при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения.

После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование спектра анализируемых растворов и растворов сравнения, в порядке возрастания содержания определяемых примесей. После этого проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примесей, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора. После каждого замера распыляют воду.

4.10.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значение интенсивности излучения на оси ординат, массовую долю примеси элемента в пересчете на препарат в процентах — на оси абсцисс.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по графику.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если суммарная массовая доля натрия, калия, кальция и магния (определяют по п. 4.8) не будет превышать допускаемых норм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 20% относительно вычисляемой величины.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид упаковки: Бо-1, Бо-5п.

Группа фасовки: III, IV, V.

5.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения, установленных стандартом.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления. По истечении указанного срока препарат перед использованием должен быть проверен на соответствие его качества требованиям настоящего стандарта.

Изменение № 1 ГОСТ 8421—79 Реактивы. Кадмий йодистый. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 01.06.89 № 1390

Дата введения 01.01.90

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 2321 0150 02.

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Вводная часть. Исключить слова: «реактив»: «Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для первой категории качества».

Пункт 1.2. Таблица 1. Головку дополнить кодами: графу «Чистый для анализа» — ОКП 26 2321 0152 00; «Чистый» — ОКП 26 2321 0151 01;

графа «Наименование показателя». Пункт 11 изложить в новой редакции: «11. pH раствора препарата с массовой долей 5 %, не ниже».

Пункт 2.4. Исключить слово: «механической».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.1*а* (перед п. 4.1):

«4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг и ценой деления 10 мг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1 мг.

Допускается применение импортной аппаратуры и лабораторной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных».

(Продолжение см. с. 194)

(Продолжение изменения к ГОСТ 8421—79)

Пункт 4 2. Первый абзац. Заменить слова: «0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г» на «0,5000 г препарата»;

второй, третий абзацы изложить в новой редакции:

«Для установления коэффициента поправки раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм³ допускается использовать кадмий марки Кд-0А. Масса навески кадмия для приготовления 1 дм³ раствора концентрации 0,05 моль/дм³ — 5,6200 г.

Масса йодистого кадмия, соответствующая 1 см³ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм³, равна 0,01831 г»;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,5% при доверительной вероятности $P=0,95$».

Пункт 4.3.1 изложить в новой редакции:

«4.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Стакан В-1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр (1)3—250 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «50,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 200 см³ горячей воды и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный. Результат взвешивания тигля в граммах записывают с точностью до

(Продолжение см. с. 195)

четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата «чистый для анализа» — ±25 %, для препарата «чистый» — ±15 % при доверительной вероятности P=0,95»,

Пункт 4.4.1. Наименование изложить в новой редакции: «4.4.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*»;

третий — пятый абзацы изложить в новой редакции: «Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, х. ч., раствор с массовой долей 10 %.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 0,5 %, свежеприготовленный; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Раствор, содержащий йодаты (JO_3); готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением получают раствор, массовой концентрации 0,01 мг/см³ JO_3»;

дополнить абзацами: «Пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Стакан В(Н)-2—100 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.4.2. Первый абзац. Заменить слова: «2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «2,00 г препарата»: исключить слова: «вместимостью 100 мл».

Пункт 4.5. Первый абзац. Заменить слова: «5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «5,00 г препарата»; «плотный беззольный фильтр» на «обезволенный фильтр «синяя лента»;

последний абзац. Заменить слова: «25 %-ного раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %».

Пункт 4.6.1 изложить в новой редакции:

«4.6.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Бумага йодкрахмальная; готовят по ГОСТ 4517—87.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х.ч., раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517—87.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х.ч., разбавленная 1:4.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, х.ч., дважды перекристаллизованный (массовая доля хлоридов и бромидов в нем должна быть менее 0,002 %), раствор с массовой долей 10 %.

Раствор, содержащий хлориды (Cl), готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением получают раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ Cl.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации $c(AgNO_3)$ = =0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Стакан В(Н)-1(2)—100 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.6.2. Первый абзац. Заменить слова: «0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 мл» на «0,50 г препарата помещают в стакан»;

второй абзац. Заменить слова: «плотный фильтр» на «обезволенный фильтр «синяя лента».

Пункт 4.7. Первый абзац. Заменить слова: «1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 мл (с меткой на 50 мл)» на «1,00 г препарата помещают в мерную колбу»; «25 %-ного раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %».

Пункт 4.8.1. Наименование изложить в новой редакции: «4.8.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*»;

десятый абзац изложить в новой редакции: «Кадмий йодистый, не содержащий примеси определяемых элементов или с минимальными их массовыми доля-

(Продолжение см. с. 196)

ми, которые определяют методом добавок в условиях данной методики и учитывают при приготовлении образцов для построения градуировочного графика»;

двенадцатый—пятнадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664—83.

Натрий сульфит 7-водный.

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

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79 или натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76»;

семнадцатый абзац. Заменить слова: «сернистокислого натрия» на «7-водного сульфита натрия»; исключить слово: «безводного»;

восемнадцатый абзац. Заменить слова: «сероватистокислого натрия» на «5-водного сероватистокислого натрия»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Растворы, содержащие магний (Mg), медь (Cu) и свинец (Pb); готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением получают растворы массовой концентрации 0,1 мг/см³ Mg, Cu и Pb»;

дополнить абзацами: «Пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Чаша 100 по ГОСТ 19908—80».

Пункт 4.8.2.1. Заменить слова: «2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «2,00 г препарата».

Пункт 4.8.2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Для приготовления каждого образца 10,00 г йодистого кадмия, не содержащего определяемых примесей, помещают в кварцевую чашу и прибавляют указанные в табл. 2 массы Mg, Ca и Pb (в виде растворов массовой концентрации 0,1 и 1 мг/см³ Mg, Cu и Pb)»;

таблица 2. Головка. Заменить слова: «Введено в образец в виде добавок, мг» на «Масса каждого элемента (Cu, Pb, Mg) введенного в образец, мг»;

Пункт 4.8.4. Последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±20 % при доверительной вероятности $P=0,95$».

Пункт 4.9. Первый абзац изложить в новой редакции: «4.9. Определение массовой доли цинка

1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в воде (ГОСТ 6709—72), доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают»;

таблица 3. Головка. Заменить слова: «Введено в раствор сравнения цинка в виде добавок, мг/50 мл» на «Масса цинка (Zn), введенного в 50 см³ раствора сравнения, мг»

последний абзац изложить в новой редакции: «Затем в три мерные колбы вместимостью 50 см³ каждая помещают по 1,00 г йодистого кадмия, не содержащего цинка, растворяют в 30 см³ воды и прибавляют указанные в табл. 3 массы цинка (в виде растворов массовой концентрации 0,01 и 0,1 мг/см³ Zn). Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Далее определение проводят по ГОСТ 22001—87 (способ 2)».

Пункт 4.10.1. Наименование изложить в новой редакции:

«4.10.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*»;

первый абзац изложить в новой редакции: «Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем, или спектрофотометр «Сатурн» в эмиссионном режиме. Допускается использование других приборов аналогичной чувствительности и точности»:

(Продолжение см. с. 197)

второй абзац исключить;

седьмой, восьмой абзацы изложить в новой редакции:

«Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Растворы, содержащие натрий (Na), калий (K) и кальций (Ca); готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением и смешиванием получают раствор массовой концентрации по 0,1 мг/см³ Na, K, Ca»;

девятый абзац. Заменить слова: «при построении градуировочного графика» на «при приготовлении растворов сравнения»;

дополнить абзацами: «Пипетки 4 (5)—2—1 и 6(7)—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Цилиндр 1 (3)—50 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.10.2.1. Заменить слова: «5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «5,00 г препарата»; исключить слова: «вместимостью 100 мл»

Пункт 4.10.2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Для приготовления каждого раствора сравнения 5,00 г йодистого кадмия, не содержащего определяемых примесей, помещают в мерную колбу, растворяют в 50 см³ воды и прибавляют указанные в табл. 4 массы Na, K и Ca (в виде раствора массовой концентрации по 0,1 мг/см³ каждого элемента). Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают»;

таблицу изложить в новой редакции:

Таблица 4

Номер раствора сравнения	Масса каждого элемента (Na, K, Ca), введенного в 100 см³ раствора сравнения мг			Массовая доля каждого элемента в растворе сравнения в пересчете на препарат, %		
	Na	K	Ca	Na	K	Ca
1	0,05	0,05	0,05	0,001	0,001	0,001
2	0,10	0,10	0,10	0,002	0,002	0,002
3	0,25	0,25	0,25	0,005	0,005	0,005
4	0,50	0,50	0,50	0,010	0,010	0,010

(Продолжение см. с. 198)

Пункт 4.10.4. Первый, второй, последний абзацы изложить в новой редакции: «По полученным данным для растворов сравнения для каждого определяемого элемента строят градуировочный график, откладывая значение интенсивности излучения на оси ординат, массовую долю примеси элемента в пересчете на препарат в процентах — на оси абсцисс.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по соответствующему графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности $P=0,95$».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.11:

«4.11. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—250—34 ТХС (ГОСТ 25336—82), растворяют в 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—87), отмеряя воду цилиндром 1(3)—100 (ГОСТ 1770—74), и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности ±0,05 pH».

Пункт 5.1. Второй абзац изложить в новой редакции. «Вид и тип тары: 2т-1, 2т-4»;

дополнить абзацем: «На тару наносится знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 6, подкласс 6.1, классификационный шифр 6162)».

Раздел 6 изложить в новой редакции:

«6. Гарантии изготовителя

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие йодистого кадмия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения — три года со дня изготовления».

(ИУС № 8 1989 г.)

gost.e-ecolog.ru