МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

КАДМИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 10—2000

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 17.02.2004. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,72.
Тираж 70 экз. С 894. Зак. 91.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

УДК 546.48'264-41:006.354 Группа Л51

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

КАДМИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ

Технические условия

Reagents. Cadmium carbonate. Specifications

ГОСТ 6261—78

Взамен ГОСТ 6261—70

МКС 71.040.30
ОКП 26 2321 0400 03

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 ноября 1978 г. № 3074 дата введения установлена

01.01.80

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

Настоящий стандарт распространяется на реактив — углекислый кадмий, который представляет собой мелкие кристаллы белого цвета; нерастворим в воде; растворим в кислотах.

Формула: $CdCO_3$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 172,41.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По химическим показателям углекислый кадмий должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2321 0401 01	Чистый (ч.) ОКП 26 2321 0402 02
1. Массовая доля углекислого кадмия ($CdCO_3$), %, не менее	99,0	98,0
2. Массовая доля нерастворимых в соляной кислоте веществ, %, не более	0,01	0,02
3. Массовая доля азота (N) из нитратов, нитритов и аммиака, %, не более	0,1	0,1
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,01
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,005	0,01
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,002	0,005
7. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,002	0,004
8. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,005	0,01
9. Массовая доля суммы калия, натрия, кальция, магния (K+Na+Ca+Mg), %, не более	0,1	0,2
10. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,005	0,005

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

Издание (декабрь 2003 г.) с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1984 г. (ИУС 7—84).

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 2004

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Соединения кадмия относятся к высокоопасным веществам (2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007—76). Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны производственных помещений (в пересчете на окись кадмия) составляет 0,1 мг/м³. При увеличении концентрации может вызывать острые и хронические отравления с поражением жизненно важных органов и систем. Препарат прижигающе действует на кожу, возможно всасывание.

2.2. При работе с препаратом необходимо пользоваться индивидуальными средствами защиты (респираторы «Лепесток», «Астра-2», защитные очки, резиновые перчатки и передники), соблюдать правила личной гигиены и не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу.

2.3. Должна быть обеспечена максимальная герметизация технологического оборудования.

2.4. Помещения, в которых проводят 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.

Препарат не огнеопасен и не взрывоопасен.

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

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 235 г.

4.2. Определение массовой доли углекислого кадмия

Определение проводят по ГОСТ 10398—76. При этом 0,26—0,3 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в колбу вместимостью 250 см³, смачивают 3 см³ воды, прибавляют 1 см³ 25 %-ного раствора соляной кислоты и перемешивают до растворения препарата. Затем объем раствора доводят водой до 100 см³ и снова перемешивают. Далее определение проводят комплексонометрическим методом.

Масса углекислого кадмия, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 М), — 0,00862 г.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. Определение массовой доли нерастворимых в соляной кислоте веществ

4.3.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 25 %-ный раствор.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336—82 типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

4.3.2. *Проведение анализа*

20 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 см³, смачивают 10—15 см³ воды и осторожно прибавляют 50 см³ раствора соляной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают раствор в течение 1 ч на кипящей водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г, остаток на фильтре промывают 100 см³ 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 — 2 мг;

для препарата чистый — 4 мг.

4.3.1, 4.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.4. Определение массовой доли азота из нитратов, нитритов и аммиака

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74. При этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, смачивают 2 см³ воды,

прибавляют 2 см³ 25 %-ного раствора соляной кислоты, перемешивают до растворения препарата, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

5 см³ полученного раствора (соответствуют 0,05 г препарата) помещают в круглодонную колбу, прибавляют воду и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг;

для препарата чистый — 0,05 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли азота анализ проводят фотометрическим методом.

4.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в колориметрический стаканчик, смачивают 3 см³ воды, осторожно прибавляют 3 см³ 10 %-ного раствора соляной кислоты и перемешивают до растворения препарата. Затем объем раствора доводят водой до 26 см³, снова перемешивают и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом, прибавляя 3 см³ раствора крахмала или 5 см³ этилового спирта (ГОСТ 18300—87, высший сорт) и не прибавляя раствор соляной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг;

для препарата чистый — 0,05 мг.

Допускается проводить определение из навески массой 1 г, прибавляя в растворы сравнения по 0,5 г препарата.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в колбу вместимостью 50 см³, смачивают 3 см³ воды, прибавляют 4 см³ 25 %-ного раствора азотной кислоты и перемешивают до растворения препарата. Затем объем раствора доводят до 42 см³ и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом, не прибавляя в анализируемый раствор азотной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг;

для препарата чистый — 0,050 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

4.7. Определение массовой доли примеси железа, меди, свинца и магния

4.7.1. *Приборы, оборудование, реактивы и растворы*

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

Генератор дуги переменного тока типа ДГ-2.

Микрофотометр типа МФ-2.

Выпрямитель типа ВУ-2М.

Спектропроектор типа ДСП-1.

Фотопластинки спектральные типа ЭС светочувствительностью 8 отн. ед.

Угли графитированные ос. ч. 7—3 (электроды угольные) диаметром 6 мм. Верхний электрод должен быть заточен на конус, нижний электрод (анод) — иметь кратер диаметром 4 мм, глубиной 3 мм.

Кадмия окись ос. ч. 11—2, не содержащая определяемых примесей. При наличии примесей их определяют методом добавок в условиях данной методики и учитывают при построении градуировочных графиков.

Растворы, содержащие Fe, Cu, Pb, Mg; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением и смешением готовят растворы с концентрацией по 0,01 и 0,1 мг/см³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по НД.
Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664—83.
Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74.
Натрий сернистокислый 7-водный по ТУ 6—09—1457—87.
Натрий углекислый по ГОСТ 83—79 или
Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76.
Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.
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 $дм^3$, 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 водой до 1 $дм^3$, 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 $см^3$, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.
(Измененная редакция, Изм. № 1).
4.7.2. *Подготовка к анализу*
4.7.2.1. *Приготовление анализируемой пробы*
1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в фарфоровую чашку вместимостью 50 $см^3$, прокаливают в муфельной печи при 600—700 °С в течение 30 мин, охлаждают и тщательно растирают.
4.7.2.2. *Приготовление образцов для построения градуировочных графиков*
Для приготовления каждого образца 3,73 г окиси кадмия (соответствуют 5 г препарата) взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в фарфоровую чашку вместимостью 50 $см^3$ и прибавляют указанные в табл. 2 количества Fe, Cu, Pb и Mg (в виде растворов, содержащих 0,01, 0,1 и 1 $мг/см^3$), перемешивают, сушат, прокаливают в муфельной печи при 600 °С в течение 15 мин и растирают в течение 3 ч (до получения однородной массы).

Таблица 2

Номер образца	Масса примеси в образце, мг				Массовая доля примеси в пересчете на препарат, %			
	Fe	Cu	Pb	Mg	Fe	Cu	Pb	Mg
1	0,05	0,005	0,05	0,1	0,001	0,0001	0,001	0,002
2	0,15	0,025	0,25	0,25	0,003	0,0005	0,005	0,005
3	0,25	0,05	0,5	0,5	0,005	0,001	0,01	0,01
4	—	0,1	2,5	1,5	—	0,002	0,05	0,03

4.7.3. *Проведение анализа*
Анализ проводят в дуге постоянного тока при следующих условиях:

Сила тока, А 10
Напряжение, В 220
Ширина щели, мм 0,015
Высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм 5
Экспозиция, с 20

Перед каждой съемкой угольные электроды обжигают при силе тока 10 А в течение 15 с и снимают спектрограмму для контроля на отсутствие в электродах определяемых примесей.
После обжига электродов и их охлаждения в канал нижнего электрода помещают анализируемую пробу или образец для построения градуировочного графика в количестве, определяемом объемом канала, зажигают дугу и снимают спектрограмму.
Спектры анализируемой пробы и образцов снимают на одной фотопластинке не менее трех раз.

4.7.4. *Обработка результатов*

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают на воздухе. Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий определяемых примесей и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой.

Аналитические линии, нм:

Fe — 302,0;

Cu — 324,75;

Pb — 283,30;

Mg — 279,55.

Для каждой аналитической линии вычисляют разность почернений ΔS по формуле

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

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

$S_{ф}$ — почернение фона.

По трем значениям ΔS находят среднее арифметическое значение $\Delta S'$ для каждого определяемого элемента.

По значениям $\Delta S'$ для каждого определяемого элемента строят градуировочные графики, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций, а 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 результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 20 % относительно вычисляемой концентрации.

4.8. Определение массовой доли калия, натрия и кальция

4.8.1. *Приборы, реактивы и растворы*

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа типа ИСП-51 (или универсального монохроматора типа УМ-2) с фотоэлектрической приставкой типа ФЭП-1.

Фотоумножители типов ФЭУ-22 (для определения натрия и калия) и ФЭУ-17 (для определения кальция).

Горелка.

Распылитель.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух для питания приборов по НД.

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

Кадмий азотнокислый 4-водный по ГОСТ 6262—79, не содержащий определяемых примесей или с минимальным их содержанием, определяемым методом добавок в условиях данной методики и учитываемым при построении градуировочных графиков.

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

Растворы, содержащие K, Na и Ca (раствор А); готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением получают раствор, содержащий по 0,1 мг/см^3 K, Na и Ca (раствор Б).

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.8.2. *Подготовка к анализу*

4.8.2.1. *Приготовление анализируемого раствора*

2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 10 см^3 раствора азотной кислоты, растворяют, выпаривают почти досуха на водяной бане, охлаждают, осадок растворяют в 50 см^3 воды и переносят количественно в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

4.8.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

В три мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая помещают по 3,58 г азотнокислого кадмия (соответствуют 2 г препарата), взвешенных с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 30 см^3 воды и добавляют указанные в табл. 3 объемы растворов А и Б.

Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 3

Номер раствора	Объем раствора, $см^3$		Введено в раствор сравнения в виде добавок, мг/100 $см^3$			Массовая доля примеси в пересчете на препарат, %		
	А	Б	K	Ca	Na	K	Ca	Na
1	—	1	0,1	0,1	0,1	0,005	0,005	0,005
2	—	3	0,3	0,3	0,3	0,015	0,015	0,015
3	1	—	1,0	1,0	1,0	0,05	0,05	0,05

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.8.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий Na 589,0—589,6 нм, K 766,5 нм, Ca 422,7 нм, возникающих в спектре пламени ацетилен-воздух при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения.

После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания содержания определяемых примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примесей, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании воды.

После каждого замера распыляют воду.

4.8.4. *Обработка результатов*

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

Содержание каждой примеси в препарате находят по графику.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если суммарное содержание примесей K, Na, Ca и Mg (определяемое по п. 4.7.1) не будет превышать допускаемых норм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 15 % относительно вычисляемой концентрации.

4.9. Определение массовой доли цинка проводят атомно-абсорбционным методом по ГОСТ 22001—87.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—4, 2—9, 11—1, 11—6.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

На этикетке должна быть надпись: «Токсичен».

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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 хранения и транспортирования.

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

6.1, 6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru