Издание официальное

Управление по стандартизации при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 6261—52
	Реактивы КАДМИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ	Группа Л51

Углекислый кадмий представляет собой белый аморфный порошок, нерастворимый в воде и легко растворимый в кислотах.

Формула $CdCO_3$.

Молекулярный вес (по международным атомным весам 1949 г.) — 172,42.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

1. Содержание углекислого кадмия ($CdCO_3$):

для препарата «чистый для анализа» . . не менее 98%
» » «чистый» . . . . . » » 97%

2. Наибольшие количества допустимых примесей в %%:

Названия примесей	„чистый для анализа"	„чистый"
а) Нерастворимые в соляной кислоте вещества	0,01	0,02
б) Хлориды (Cl)	0,01	0,03
в) Сульфаты (SO_4)	0,01	0,02
г) Железо (Fe)	0,005	0,01
д) Щелочные и щелочно-земельные металлы (в виде сульфатов)	0,5	1,5
е) Цинк (Zn)	0,005	0,01
ж) Азот общий (N)	0,1	0,1
з) Свинец (Pb)	0,025	0,05
и) Медь (Cu)	Должен выдерживать испытания по п. 13	

II. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И ОТБОР ПРОБ

3. Приемку и отбор проб производят по ГОСТ 3885—50. Общий вес отобранной пробы должен быть не менее 0,5 *кг*.

Внесен Министерством химической промышленности	Утвержден Управлением по стандартизации 5/VI 1952 г.	Срок введения 1/IX 1952 г.

Переиздание. Март 1954 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

Цена 40 коп.

gost.e-ecolog.ru

III. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

4. Определение содержания углекислого кадмия ($CdCO_3$)

а) *Применяемые реактивы и растворы*:

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, раствор уд. в. 1,11.
Вода дистиллированная.

б) *Описание определения*

Около 0,5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,0002 *г*, помещают во взвешенный фарфоровый тигель емкостью 15—20 *мл*, смачивают водой, покрывают тигель стеклом, приоткрыв стекло, вводят в тигель пипетку, осторожно по каплям прибавляют 6,5 *мл* раствора серной кислоты. По окончании бурной реакции стекло смывают 2—3 *мл* воды и содержимое тигля выпаривают на водяной бане, затем тигель с содержимым нагревают на песочной бане до удаления паров серной кислоты и прокаливают в воздушной бане (фарфоровый тигель с асбестовым кольцом) до постоянного веса.

Содержание углекислого кадмия (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X=\frac{G_1-\left(\frac{G\cdot G_2}{100}\right)\cdot 0{,}82705\cdot 100}{G_1},$$

где:

G_1 — вес прокаленного осадка сернокислого кадмия в *г*;
G_2 — процентное содержание щелочных и щелочно-земельных металлов, определенное по п. 9;
G — навеска испытуемого препарата в *г*;
0,82705 — коэффициент для пересчета веса сернокислого кадмия на вес углекислого кадмия.

5. Определение содержания нерастворимых в соляной кислоте веществ

а) *Применяемые реактивы и растворы*:

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, раствор уд. в. 1,12.
Вода дистиллированная.

б) *Описание определения*

20 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в стакан, смачивают 10—15 *мл* воды и осторожно прибавляют 50 *мл* раствора соляной кислоты. Затем, накрыв стакан часовым стеклом, нагревают его в течение 1 часа на во-

дяной бане, после чего содержимое стакана фильтруют через стеклянный фильтрующий тигель № 4, остаток на фильтре промывают 100 *мл* горячей воды и сушат при температуре 105—110°С до постоянного веса.

Препарат считают соответствующим стандарту, если вес высушенного остатка будет не более:

для препарата «чистый для анализа» . . . . 2 *мг*
» » «чистый» . . . . . 4 »

6. Определение содержания хлоридов (Cl)

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Кислота азотная по ГОСТ 4461—48, ч. д. а., раствор уд. в. 1,15.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 0,1 н раствор.

Вода дистиллированная.

Раствор, содержащий Cl', готовят по ГОСТ 4212—48.

б) *Описание определения*

2 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в коническую колбу емкостью 50 *мл*, смачивают 2—3 *мл* воды, растворяют в 7 *мл* раствора азотной кислоты и доводят объем раствора водой до 25 *мл*; если нужно, раствор фильтруют через трижды промытый горячей водой беззольный фильтр и прибавляют 1 *мл* раствора азотнокислого серебра.

Препарат считают соответствующим стандарту, если появившаяся опалесценция через 15 мин. будет не интенсивнее опалесценции эталонного раствора, содержащего в том же объеме

для препарата «чистый для анализа» . . . 0,2 *мг* Cl
» » «чистый» . . . . . 0,6 » Cl',

1 *мл* раствора азотной кислоты и 1 *мл* раствора азотнокислого серебра.

7. Определение содержания сульфатов (SO_4)

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, ч. д. а., раствор уд. в. 1,12.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—48, 10%-ный водный раствор.

Вода дистиллированная.

Раствор, содержащий SO_4'', готовят по ГОСТ 4212—48.

Раствор хлористого кадмия, не содержащий SO_4'', готовят следующим образом: 10,5 *г* хлористого кадмия взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в воде, прибавляют 4 *мл* раствора соляной кислоты и доводят объем раствора водой до 52 *мл*. Затем прибавляют 8 *мл* раствора хлористого бария.

По истечении 18—20 час. раствор фильтруют и для приготовления каждого эталонного раствора берут по 15 *мл* фильтрата.

б) *Описание определения*

2 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, смачивают водой, растворяют в 4,5 *мл* раствора соляной кислоты, доводят водой объем раствора до 18 *мл* и прибавляют 2 *мл* раствора хлористого бария.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 18—20 час. муть будет не интенсивнее мути эталонного раствора, содержащего в том же объеме 15 *мл* раствора хлористого кадмия, не содержащего SO_4, и

для препарата «чистый для анализа» . . . 0,2 *мг* SO_4
» » «чистый» . . . . . 0,4 » SO_4

Примечание. При наличии готового хлористого кадмия, не содержащего SO_4'', эталонный раствор готовят следующим образом: 2,65 *г* хлористого кадмия растворяют в 15 *мл* воды, прибавляют 1 *мл* соляной кислоты, вышеуказанные количества SO_4, 2 *мл* раствора хлористого бария и доводят объем раствора водой до 20 *мл*.

8. Определение содержания железа (Fe)

а) *Применяемые реактивы и растворы*:

Кислота азотная по ГОСТ 4461—48, раствор уд. в. 1,15.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—51, 10%-ный водный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.

Вода дистиллированная.

Раствор, содержащий $Fe^{\cdots}$, готовят по ГОСТ 4212—48.

б) *Описание определения*

1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в коническую колбу емкостью 50 *мл*, смачивают водой, растворяют в 3 *мл* раствора азотной кислоты и доводят объем раствора водой до 10 *мл*. Затем прибавляют 2 *мл* раствора сульфосалициловой кислоты, содержимое колбы перемешивают, прибавляют 10 *мл* раствора аммиака и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемое окрашивание раствора будет не интенсивнее окрашивания эталонного раствора, приготовленного следующим образом.

К 10 *мл* раствора, содержащего 3 *мл* раствора азотной кислоты и

для препарата «чистый для анализа» . . . 0,05 *мг* Fe
» » «чистый» . . . . . 0,10 » Fe,

прибавляют 2 *мл* раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют 10 *мл* раствора аммиака и снова перемешивают.

9. Определение щелочных и щелочно-земельных металлов (в виде сульфатов)

а) *Применяемые реактивы и растворы*:

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, уд. в. 1,835, и раствор уд. в. 1,11.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 10%-ный раствор.

Паранитрофенол 0,2%-ный водный раствор.

Аммоний сернистый—раствор, не содержащий углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—48.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, раствор уд. в. 1,12.

Вода сероводородная, готовят по ГОСТ 4517—48.

Вода дистиллированная.

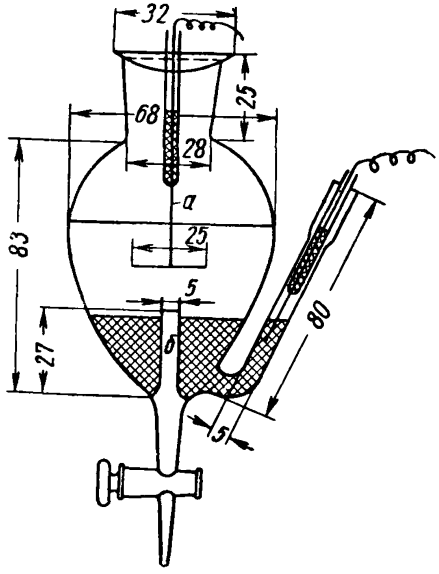
б) *Описание определения*

Определение щелочных и щелочно-земельных металлов производят в растворе препарата после выделения из него кадмия электролизом со ртутным катодом.

Прибор для электролиза представляет собой сосуд (см. чертеж) емкостью около 200 *мл*. Катодом является ртуть, которую наливают на 2 *мм* ниже верхнего конца трубки *б*. Катод соединяется с источником тока при помощи платиновой проволоки длиной 10—12 *см*, диаметром 1 *мм*, опущенной в боковой тубус. Анодом является платиновая проволока длиной 30 *см*, диаметром 1 *мм*, свернутая в виде плоской спирали *а*. Расстояние между катодом и анодом должно быть 10—15 *мм*. Ток поступает из сети переменного тока через селеновый выпрямитель (ВСА-10) и регулируется лабораторным автотрансформатором (ЛАТР-2).

Определение производят следующим образом: 1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 50 *мл* воды, прибавляют 0,1 *мл* серной кислоты, уд. в. 1,835, нагре-

вают до температуры 70—80°С и раствор переводят в сосуд для электролиза. Электролиз ведут (под тягой) при 4—4,5 *а* и 10—11 *в*. Общая продолжительность электролиза 20—25 мин. Полноту выделения кадмия определяют капельной реакцией с сероводородной водой на фильтровальной бумаге. (В случае попадания раствора в трубку *б* электролиз ведут, как обычно, 10—15 мин., после чего сливают через кран 5—10 *мл* раствора и снова наливают его в сосуд. Эту операцию повторяют 3 раза с пятиминутным перерывом). Общая продолжительность электролиза 20—25 мин.



По окончании электролиза раствор сливают через кран, не прерывая тока, в то же время прибавляя для промывки в сосуд воду до тех пор, пока стрелка амперметра не остановится на нуле. Раствор вместе с промывными водами нейтрализуют раствором аммиака до слабощелочной реакции по паранитрофенолу и прибавляют 0,5 *мл* раствора сернистого аммония, выдерживают в течение 2 час. на водяной бане, после чего фильтруют через двойной плотный фильтр, прибавляют 2 *мл* раствора серной кислоты, уд. в. 1,11, и выпаривают на водяной бане досуха, а затем нагревают на песочной бане и

на сетке до удаления аммонийных солей и паров серной кислоты. К сухому остатку прибавляют 0,5 *мл* раствора соляной кислоты и дважды обрабатывают горячей водой по 15 *мл* каждый раз, фильтруя раствор во взвешенную платиновую чашку. Фильтрат выпаривают и остаток прокаливают при слабом красном калении до постоянного веса.

Препарат считают соответствующим стандарту, если вес прокаленного остатка будет не более:

для препарата «чистый для анализа» . . . . . 5 *мг*
» » «чистый» . . . . . 15 »

Примечание. Ртуть в сосуде для электролиза необходимо менять после 10—15 определений.

Очистку ртути производят следующим образом: ртуть сушат фильтровальной бумагой и фильтруют через бумажный фильтр с проколотым в углу отверстием. Затем ртуть помещают в банку, закрытую пробкой с двумя трубками, одна из которых доходит до дна, заливают 5%-ным раствором азотнокислой закисной ртути, подкисленным несколькими каплями азотной кислоты, и пропускают воздух в течение 6—8 час. Затем ртуть пропускают 3 раза через колонку длиной 70 *см*, наполненную тем же раствором, и 2 раза через дистиллированную воду.

Колонка на всем протяжении своей поверхности имеет вмятины наподобие елочного дефлегматора и внизу оканчивается сифонообразной трубкой.

Для окончательной очистки ртуть перегоняют в вакууме. Все работы со ртутью производятся только под тягой с соблюдением всех правил, предусмотренных инструкцией по технике безопасности.

10. Определение содержания цинка

а) *Применяемые реактивы и растворы*:

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, раствор уд. в. 1,12 и 0,5 н раствор.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—48.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—51.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—51, 5%-ный раствор.

Метиловый фиолетовый 0,05%-ный водный раствор.

Кислота винная по ГОСТ 5817—51, 25%-ный раствор.

Аммоний роданистый по ГОСТ 3768—47, 10%-ный раствор.

Вода дистиллированная.

Раствор, содержащий $Zn^{\cdot\cdot}$, готовят по ГОСТ 4212—48.

б) *Описание определения*

0,5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, смачивают несколькими каплями воды и растворяют в 1 *мл* раствора соляной кислоты, уд. в. 1,12. Раствор выпаривают до-

суха на водяной бане, к остатку прибавляют 0,5 *г* сернокислого натрия, смесь растворяют в 3 *мл* воды, затем при помешивании добавляют 30 *мл* спирта и перемешивают до тех пор, пока выпавший осадок не перестанет увеличиваться.

По истечении 10—15 мин. осадок отфильтровывают, промывают на фильтре 2 раза по 5 *мл* спирта и фильтрат выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток растворяют в воде, переносят в мерную колбу емкостью 50 *мл* и доводят объем раствора водой до метки.

5 *мл* полученного раствора (соответствуют 0,05 *г* препарата) помещают в пробирку емкостью 20—25 *мл*, прибавляют 1 каплю раствора роданистого аммония и 0,2 *мл* раствора солянокислого гидроксиламина, перемешивают и нагревают на водяной бане 10 мин., а затем на горелке до кипения. Охлаждают, прибавляют 2,5 *мл* 0,5 н раствора соляной кислоты, 0,5 *мл* раствора метилового фиолетового, 0,5 *мл* раствора винной кислоты и 1 *мл* раствора роданистого аммония. После прибавления каждого раствора содержимое пробирки тщательно перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемое окрашивание испытуемого раствора будет не интенсивнее окрашивания эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым следующим образом.

К 5 *мл* раствора, содержащим

для препарата «чистый для анализа» . . 0,0025 *мг* Zn
» » «чистый» . . . . . 0,005 » Zn,

прибавляют 1 каплю раствора роданистого аммония и 0,2 *мл* раствора солянокислого гидроксиламина, нагревают в течение 10 мин. на водяной бане, а затем на горелке до кипения, охлаждают, прибавляют 2,5 *мл* 0,5 н раствора соляной кислоты, 0,5 *мл* раствора метилового фиолетового, 0,5 *мл* раствора винной кислоты и 1 *мл* раствора роданистого аммония. После прибавления каждого раствора содержимое пробирки тщательно перемешивают.

Примечание. Ввиду малой устойчивости окраски испытуемого раствора определение можно производить одновременно не более чем в трех образцах.

11. Определение содержания общего азота (N)

а) *Применяемые реактивы и растворы*:

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, раствор уд. в. 1,12.

Сплав медь—алюминий—цинк (50%—45%—5%).

Натр едкий по ГОСТ 4328—48, 10%-ный раствор, не содержащий азота, готовят следующим образом: к 500 *мл* 10%-ного раствора едкого натра прибавляют 1,5—2 *г* сплава и кипятят в течение 0,5 часа. Затем колбу закрывают пробкой с гуськом, содержащим серную кислоту, разбавленную 1 : 1. По охлаждении доводят объем раствора в колбе водой до первоначального.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, раствор 1 : 1.

Реактив на аммиак готовят по ГОСТ 4517—48, п. 30.

Раствор, содержащий N, готовят по ГОСТ 4212—48.

Вода дистиллированная.

б) *Описание определения*

1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, смачивают водой, растворяют в 2 *мл* раствора соляной кислоты в мерной колбе емкостью 100 *мл* и доводят объем раствора водой до метки. 10 *мл* полученного раствора (соответствуют 0,1 *г*), помещают в колбу емкостью 150—200 *мл*, прибавляют 30 *мл* воды, 0,5 *г* сплава и 20 *мл* раствора едкого натра. Колбу закрывают пробкой с гуськом, содержащим раствор серной кислоты, и периодически взбалтывают. Затем из колбы отгоняют 40 *мл* жидкости в цилиндр с 20 *мл* воды. К полученному раствору прибавляют 2 *мл* реактива на аммиак.

Препарат считают соответствующим стандарту, если окраска испытуемого раствора будет не интенсивнее окраски эталонного раствора, содержащего в том же объеме

для препарата «чистый для анализа» . . . . 0,1 *мг* N
» » «чистый» . . . . . 0,1 » N

и 2 *мл* реактива на аммиак.

Примечание. Ввиду того, что применяемый едкий натр и сплав всегда содержат некоторое количество азота, эталонные растворы готовят на жидкости, приготовленной следующим образом: в 160 *мл* воды прибавляют 2 *г* сплава и 80 *мл* раствора едкого натра. Колбу закрывают пробкой с гуськом, содержащим серную кислоту, и оставляют в покое на 1 час. Затем отгоняют 160 *мл* жидкости в 60 *мл* воды. Для приготовления каждого эталонного раствора берут 55 *мл* жидкости, вводят необходимое количество азота и доводят объем раствора водой до 60 *мл*.

12. Определение содержания свинца (Pb)

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, раствор уд. в. 1,12.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 10%-ный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—51, 30%-ный раствор.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459—48, 5%-ный раствор.
Раствор, содержащий $Pb^{\cdot\cdot}$, готовят по ГОСТ 4212—48.
Вода дистиллированная.

Раствор хлористого кадмия, не содержащий $Pb^{\cdot\cdot}$, готовят следующим образом: 10,5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в воде и доводят водой объем раствора до 136 *мл*, затем прибавляют 2 *мл* раствора уксусной кислоты и 2 *мл* раствора хромовокислого калия. Через 3 часа выпавший осадок отфильтровывают на плотный фильтр. Для приготовления каждого эталонного раствора берут по 35 *мл* фильтрата.

б) *Описание определения*

2 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в коническую колбу емкостью 100 *мл*, смачивают водой и растворяют в 3,5 *мл* раствора соляной кислоты. Прибавляют 30 *мл* воды, нейтрализуют раствором аммиака до появления слабой мути, доводят водой объем раствора до 59 *мл* и прибавляют 0,5 *мл* раствора уксусной кислоты и 0,5 *мл* раствора хромовокислого калия.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 5 мин. муть будет не интенсивнее мути эталонного раствора, содержащего в том же объеме 35 *мл* раствора хлористого кадмия, не содержащего $Pb^{\cdot\cdot}$, и

для препарата «чистый для анализа» . . . 0,5 *мг* Pb
» » «чистый» . . . . . 1,0 » Pb

Примечание. При наличии готового хлористого кадмия, не содержащего $Pb^{\cdot\cdot}$, эталонный раствор готовят следующим образом: 2,65 *г* хлористого кадмия растворяют в 35 *мл* воды, прибавляют 0,5 *мл* раствора уксусной кислоты, вышеуказанные количества свинца, 0,5 *мл* раствора хромовокислого калия и доводят объем раствора водой до 40 *мл*.

13. Испытание на отсутствие меди

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, раствор уд. в. 1,12.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.
Вода дистиллированная.

б) *Описание определения*

5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в коническую колбу емкостью 50 *мл*, смачивают 5 *мл* воды и прибавляют 10 *мл* раствора соляной кислоты. По растворении прибавляют 20 *мл* раствора аммиака и перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если при рассматривании в проходящем свете на белом фоне раствор над осадком не будет иметь голубого оттенка. Для сравнения применяют раствор 5 *г* препарата в 10 *мл* раствора соляной кислоты и 20 *мл* воды.

IV. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

14. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—50. Вид упаковки: Б-3 или Б-5. Вес нетто: 0,1; 0,25; 0,5 *кг*.

gost.e-ecolog.ru

Л100223. Стандартгиз. Подп. к печ. 21/IV 1954 г. 0,75 п. л. Тир. 4000

Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 802