СССР
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 4456—56

КАДМИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ

Издание официальное

МОСКВА
1957

gost.e-ecolog.ru

Переиздание. Август 1957 г.

Издание официальное

СССР Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Реактивы КАДМИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ	ГОСТ 4456—56 Взамен ГОСТ 4456—48 Группа Л51

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

1. Кадмий сернокислый представляет собой белые кристаллы, растворимые в воде.

Формула:

$$3CdSO_4 \cdot 8H_2O$$

Молекулярный вес (по международным атомным весам 1953 г.) — 769,56.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

2. Содержание $CdSO_4$ в %%:

для квалификации «х. ч.» — в пределах 81—81,3,
» » «ч. д. а.» и «ч.» — не менее 80,5

3. Наибольшие количества допустимых примесей в процентах:

Наименования примесей	„Химически чистый"	„Чистый для анализа"	„Чистый"
а) Не растворимые в воде вещества	0,003	0,003	0,005
б) Цинк (Zn)	0,002	0,002	0,004
в) Хлориды (Cl)	0,002	0,002	0,005
г) Свинец (Pb)	0,005	0,01	0,02
д) Медь (Cu)	0,0005	0,001	0,001
е) Железо (Fe)	0,0002	0,0005	0,0005
ж) Мышьяк (As)	0,00005	0,00005	0,00005
з) Азот (N)—общий из нитратов, нитритов и аммиака	0,002	0,004	0,006
и) Натрий (Na)	0,005	0,01	0,015
к) Кальций (Ca)	0,005	0,01	0,015
л) Магний (Mg)	0,003	0,006	0,01
м) Таллий (Tl)	0,005	0,005	0,02
н) Алюминий (Al)	Отсутствие	0,01	0,01

Внесен Министерством химической промышленности	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 28/IX 1956 г.	Срок введения 1/I 1957 г.

II. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4. Приемку и отбор проб производят по ГОСТ 3885—54.

Общий вес средней отобранной пробы должен быть не менее 0,4 *кг*.

5. Определение содержания сернокислого кадмия

Около 1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,0002 *г*, помещают в фарфоровый тигель (диаметром 43 *мм*, высотой 33 *мм*—по ГОСТ 628—41), сушат при температуре 100—105°С в течение получаса, затем переносят в воздушную баню — фарфоровый тигель большего размера (диаметром 72 *мм*, высотой 54 *мм* — по ГОСТ 628—41) с асбестовым кольцом внутри (черт. 1) и прокаливают до постоянного веса при температуре приблизительно 500°С.

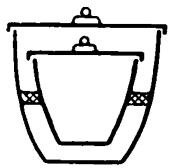
Содержание сернокислого кадмия в %% (X) вычисляют по формуле:

$$X=\frac{G_1\cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес прокаленного остатка в *г*;

G — навеска препарата в *г*.



Черт. 1

6. Определение содержания не растворимых в воде веществ

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, 0,1 н раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

50 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в стакан емкостью 300—400 *мл* и растворяют в 200 *мл* воды. К полученному раствору прибавляют 0,5 *мл* раствора серной кислоты. Содержимое стакана нагревают на водяной бане в течение 1 часа и фильтруют через доведенный до по-

стоянного веса стеклянный фильтрующий тигель № 4. Остаток на фильтре промывают 100 *мл* воды и сушат при температуре 105—110°С до постоянного веса.

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

для препарата «х. ч.»	1,5 *мг*
» » «ч. д. а.»	1,5 »
» » «ч.»	2,5 »

7. Определение содержания цинка (Zn)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Аммоний роданистый «х. ч.» по ГОСТ 3768—47, 60%-ный раствор и 10%-ный раствор.

Кислота серная «х. ч.» по ГОСТ 4204—48, раствор, разбавленный 1 : 1.

Спирт изоамиловый «ч. д. а.» по ГОСТ 5830—51.

Примечание. Очистка изоамилового спирта: к 200 *мл* изоамилового спирта прибавляют 27 *мл* раствора, состоящего из 20 *мл* воды, 2 *мл* 25%-ного раствора аммиака и 5 *мл* 20%-ного раствора хлористого аммония. Промывают путем встряхивания в делительной воронке и последующего удаления промывной жидкости. Промывание повторяют 3—4 раза, а затем, если изоамиловый спирт сильно замутится, его фильтруют через двойной бумажный фильтр под вакуумом.

Аммоний хлористый «х. ч.» по ГОСТ 3773—47, 20%-ный раствор.

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

Кислая смесь для промывки, состоящая из 200 *мл* дистиллированной воды, 50 *мл* 60%-ного раствора роданистого аммония и 1 *мл* серной кислоты.

Аммиачная жидкость, состоящая из 200 *мл* дистиллированной воды, 15 *мл* 25%-ного раствора аммиака и 15 *мл* 20%-ного раствора хлористого аммония.

Кислота соляная «х. ч.» по ГОСТ 3118—46, 1 н раствор и 0,5 н раствор.

Метиловый оранжевый, 0,1%-ный раствор.

Кристаллический фиолетовый 0,06%-ный раствор.

Примечание. 0,06 *г* кристаллического фиолетового взвешивают с точностью до 0,001 *г*, растворяют в 100 *мл* горячей дистиллированной воды при перемешивании. После охлаждения раствор пропускают через стеклянный фильтрующий тигель № 4. При добавлении в процессе анализа 0,5 *мл* этого раствора пользуются пипеткой вместимостью 1 *мл* с ценой деления в 0,01 *мл*.

Кислота винная «ч. д. а.» по ГОСТ 5817—55, 25%-ный раствор.

Раствор, содержащий Zn^{++}, готовят по ГОСТ 4212—48.

Разбавленный раствор, содержащий 0,01 *мг* Zn^{++} в 1 *мл*, должен быть свежеприготовленным.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в делительную воронку вместимостью 50 *мл* и растворяют в 10 *мл* воды. К раствору прибавляют 3 *мл* 60%-ного раствора роданистого аммония и 0,1 *мл* раствора серной кислоты, перемешивают и добавляют 10 *мл* изоамилового спирта. Содержимое воронки энергично встряхивают в течение 2 мин. и после этого выдерживают до полного расслоения жидкостей. Нижний слой отбрасывают, а слой изоамилового спирта трижды промывают кислой смесью (беря каждый раз по 10 *мл* смеси) путем встряхивания в течение 1—1,5 мин. После удаления последней порции кислой смеси слой изоамилового спирта осторожно через горло воронки переливают в другую чистую делительную воронку. Первую воронку ополаскивают 10 *мл* аммиачной жидкости, которую также через горло воронки сливают во вторую воронку. Содержимое второй воронки энергично встряхивают в течение 2 мин. и после расслоения жидкостей сливают нижний (водный) слой в мерную колбочку вместимостью 25 *мл*; объем раствора доводят водой до метки и перемешивают — раствор *А*.

Для приготовления каждого эталонного раствора 10 *мл* воды помещают в чистую делительную воронку и подвергают такой же обработке, как и испытуемый раствор, в результате чего получают объем раствора в 25 *мл* — раствор *Б*.

Затем в две пробирки помещают по 2,5 *мл* раствора *А* и раствора *Б*. Растворы нейтрализуют в присутствии метилового оранжевого 1 н раствором соляной кислоты, приливаемым из микробюретки, и отмечают количество кислоты, израсходованное на нейтрализацию.

Для определения содержания цинка в пробирку помещают 2,5 *мл* раствора *А*, прибавляют (для нейтрализации) ранее установленное количество 1 н раствора соляной кислоты, затем добавляют 1,25 *мл* 0,5 н раствора соляной кислоты, 0,5 *мл* раствора кристаллического фиолетового, 0,25 *мл* раствора винной кислоты и 0,3 *мл* 10%-ного раствора роданистого аммония. Содержимое пробирки после добавления каждого из указанных растворов тщательно перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемое окрашивание испытуемого раствора через 1—2 мин.

будет не интенсивнее фиолетового окрашивания одновременно приготовленного таким же образом в такой же пробирке эталонного раствора из объема 2,5 *мл* раствора *Б* и содержащего:

для препарата «х. ч.» и «ч. д. а.» . . . 0,002 *мг* Zn,
» » «ч.» . . . . . 0,004 *мг* Zn

и предварительно установленное количество 1 н раствора соляной кислоты, необходимое для нейтрализации, а также 1,25 *мл* 0,5 н раствора соляной кислоты, 0,5 *мл* раствора кристаллического фиолетового, 0,25 *мл* раствора винной кислоты и 0,3 *мл* 10%-ного раствора роданистого аммония.

8. Определение содержания хлоридов (Cl)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

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

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

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

Кадмий сернокислый, раствор, не содержащий Cl'.

Примечание. В случае отсутствия сернокислого кадмия, не содержащего Cl', этот раствор готовят следующим образом:

8 *г* испытуемого препарата растворяют в 100 *мл* воды, прибавляют 4 *мл* раствора азотной кислоты и 4 *мл* раствора азотнокислого серебра. По истечении 16—18 час. раствор фильтруют. Для приготовления каждого эталонного раствора берут по 27 *мл* полученного фильтрата.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

2 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г* и растворяют в 20 *мл* дистиллированной воды. В случае необходимости раствор фильтруют через предварительно промытый горячей водой бумажный фильтр. Фильтр промывают 5 *мл* воды и доводят объем раствора до 30 *мл*.

К раствору прибавляют 1 *мл* раствора азотной кислоты, 1 *мл* раствора азотнокислого серебра и перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая в испытуемом растворе опалесценция через 10 мин. будет не интенсивнее опалесценции эталонного раствора, содержащего в том же объеме 27 *мл* фильтрата (п. 8*а*) и

для препарата «х. ч.» . . . . . 0,04 *мг* Cl
» » «ч. д. а.» . . . . . 0,04 *мг* Cl
» » «ч.» . . . . . 0,1 *мг* Cl

Примечание. Если имеется сернокислый кадмий, не содержащий хлоридов, то для каждого эталонного раствора берут 2 *г* этого препарата, 1 *мл* раствора азотной кислоты, соответствующие количества воды, раствора, содержащего Cl, и 1 *мл* раствора азотнокислого серебра.

9. Определение содержания свинца (Pb)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

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

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—51.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459—48, 5%-ный раствор.

Раствор, содержащий Pb^{++}, готовят по ГОСТ 4212—48.

Кадмий сернокислый, не содержащий Pb^{++}. Для работы используют препарат, не дающий заметного помутнения в условиях данного определения свинца по п. 9*б* настоящего стандарта, или препарат дважды перекристаллизованный из воды (первую фракцию кристаллов отбрасывают).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в коническую колбу емкостью 100 *мл*, прибавляют 1 *мл* раствора уксусной кислоты и 2 *г* уксуснокислого аммония. Содержимое колбы растворяют в 30 *мл* горячей воды, поддерживая температуру не ниже 70°С. К горячему раствору прибавляют 0,2 *мл* раствора хромовокислого калия и перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 10 мин. в испытуемом растворе муть будет не больше мути эталонного раствора, приготовленного в тех же условиях и содержащего в том же объеме 5 *г* сернокислого кадмия, не содержащего свинца, 2 *г* уксуснокислого аммония, 1 *мл* раствора уксусной кислоты,

для препарата «х. ч.»	0,25 *мг* Pb
» » «ч. д. а.»	0,5 *мг* Pb
» » «ч.»	1,0 *мг* Pb

и 0,2 *мл* раствора хромовокислого калия.

10. Определение содержания меди (Cu)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота азотная по ГОСТ 4461—48.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, «х. ч.».

Изоамиловый спирт по ГОСТ 5830—51.

Натрий пирофосфорнокислый по ГОСТ 342—41, 5%-ный раствор.

Трилон Б, 5%-ный раствор.

Натрий диэтилдитиокарбамат, 0,1%-ный раствор.

Раствор, содержащий Cu^{++}, готовят по ГОСТ 4212—48.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

0,5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в стакан, растворяют в 20 *мл* воды, добавляют 0,05 *мл* азотной кислоты и кипятят 1 мин. После охлаждения раствор переносят в цилиндр или пробирку бесцветного стекла вместимостью 30—50 *мл* с притертой пробкой, добавляют 1 *мл* соляной кислоты, 2 *мл* раствора пирофосфорнокислого натрия, 1 *мл* раствора трилона Б, перемешивают, добавляют 3 *мл* изоамилового спирта и 1 *мл* раствора диэтилдитиокарбамата натрия и энергично взбалтывают полученный раствор. После расслаивания раствора добавляют еще раз 1 *мл* раствора диэтилдитиокарбамата натрия и снова взбалтывают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая окраска слоя изоамилового спирта испытуемого раствора будет не интенсивнее окраски эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым раствором и содержащего в том же объеме:

для препарата	«х. ч.»	0,0025 *мг* Cu
»	«ч. д. а.»	0,005 *мг* Cu
»	«ч.»	0,005 *мг* Cu,

0,05 *мл* азотной кислоты, 1 *мл* соляной кислоты, 2 *мл* раствора пирофосфорнокислого натрия, 1 *мл* раствора трилона Б, 3 *мл* изоамилового спирта и 2 *мл* раствора диэтилдитиокарбамата натрия (прибавляемых также в два приема).

11. Определение содержания железа (Fe)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

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

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

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

2 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г* и растворяют в 20 *мл* воды. К раствору прибавляют 2 *мл* раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, приливают 10 *мл* раствора аммиака и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемое окрашивание испытуемого раствора будет не интенсивнее окрашивания эталонного раствора, приготовленного следующим образом: к 20 *мл* воды, содержащим:

для препарата «х. ч.» . . . . . 0,004 *мг* Fe
» » «ч. д. а.» . . . . 0,01 *мг* Fe
» » «ч.» . . . . . 0,01 *мг* Fe,

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

12. Определение содержания мышьяка (As)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, «х. ч.», раствор, разбавленный 1 : 4.

Цинк металлический без мышьяка по ГОСТ 989—41.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—40.

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

Бумажка, пропитанная раствором уксуснокислого свинца, готовят по ГОСТ 4517—48.

Бумажка бромнортутная, готовят по ГОСТ 4517—48.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в банку прибора для определения мышьяка (черт. 2) и растворяют в 20 *мл* воды. К раствору прибавляют 40 *мл* раствора серной кислоты, 5 *г* цинка и несколько кристаллов двухлористого олова, быстро закрывают пробкой и помещают в темное место.

Препарат считают соответствующим стандарту, если окрашивание бромнортутной бумажки от испытуемого раствора через 2 часа будет не интенсивнее окрашивания бромнортутной бумажки от эталонного раствора, содержащего в том же объеме те же количества раствора серной кислоты, двухлористого олова, 0,0025 *мг* As и 5 *г* цинка.

Примечание. Если при определении происходит разогревание раствора, то банку прибора следует поместить в воду со льдом.

13. Определение содержания общего азота (N) (из нитратов, нитритов и аммиака)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

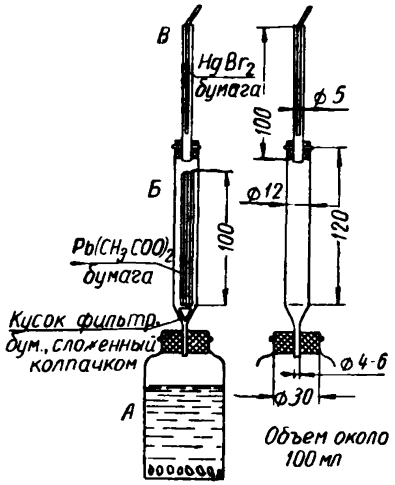
Кали едкое по ГОСТ 4203—48, 10%-ный раствор или

Натр едкий по ГОСТ 4328—48, 10%-ный раствор, не содержащие NH_4, готовят по ГОСТ 4517—48.

Сплав Деварда.

Реактив Несслера, готовят по ГОСТ 4517—48.

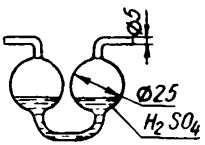
Кислота серная по ГОСТ 4204—48, разбавленная в отношении 1 : 3.



Черт. 2

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

Эталонный раствор готовят следующим образом: в колбу, вместимостью 500 *мл*, наливают 200 *мл* воды, прибавляют 80 *мл* раствора едкого натра или едкого кали, 2 *г* сплава Деварда и закрывают колбу пробкой с гуськом, содержащим разбавленную серную кислоту (черт. 3). Содержимое колбы



Черт. 3

периодически взбалтывают и через три часа отгоняют 200 *мл* жидкости, собирая отгон в цилиндр, содержащий 40 *мл* воды. Для приготовления эталонного раствора из цилиндра (после

перемешивания) отбирают 60 *мл* жидкости, прибавляют к ним необходимое количество раствора, содержащего N, и разбавляют водой до объема 100 *мл*.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г* и помещают в колбу вместимостью 150—200 *мл*, растворяют в 50 *мл* воды, прибавляют 20 *мл* раствора едкого натра или едкого кали, 0,5 *г* сплава Деварда, закрывают пробкой с гуськом, содержащим разбавленную серную кислоту и оставляют в покое, периодически взбалтывая. Через 3 часа отгоняют из колбы 50 *мл* жидкости, собирая ее в мерный цилиндр (бесцветного стекла), содержащий 50 *мл* воды. В цилиндр прибавляют 2 *мл* реактива Несслера и взбалтывают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если появившееся окрашивание отгона испытуемого раствора будет не интенсивнее окрашивания эталонного раствора, содержащего в том же объеме:

для препарата «х. ч.» . . . . . 0,02 *мг* N
» » «ч. д. а.» . . . . . 0,04 *мг* N
» » «ч.» . . . . . 0,06 *мг* N

и 2 *мл* реактива Несслера.

14. Определение содержания натрия (Na), кальция (Ca) и магния (Mg)

а) *Применяемые аппаратура и материалы*

Кварцевый спектрограф ИСП-22 с кварцевым конденсором ($F=160$ *мм*).

Генератор ПС-59 или генератор ДГ-1.

Микрофотометр МФ-2 или другой системы.

Спектропроектор с 20-кратным увеличением.

Спектральночистые угольные электроды с каналом (глубина 7 *мм*, диаметр 3,2 *мм*).

Медные электроды (диаметр 6 *мм*) с плоской разрядной поверхностью.

Примечание. Спектральные угли после сверления кипятят в азотной кислоте в течение 30 мин., затем промывают дистиллированной водой, сушат и хранят в банке с притертой пробкой.

Фотопластинки панхром, нормальные или контрастные светочувствительности 32 единицы ГОСТ или изохром, светочувствительности 32—45 единиц ГОСТ.

б) *Применяемые реактивы и растворы*

Растворы, содержащие Na, Ca, Mg, готовят по ГОСТ 4212—48. Кадмий сернокислый, не содержащий Na, Ca, Mg,

готовят многократной перекристаллизацией сернокислого кадмия «х. ч.». После высушивания на воздухе препарат испытывают на отсутствие в нем солей натрия, кальция и магния в условиях методики определения содержания натрия, кальция и магния.

При этом в спектре не должно быть линий:

натрия 5895,9 Å и 5889,9 Å;

кальция 3933,7 Å; 3968,5 Å и 4226,7 Å;

магния 2795,5 Å; 2802,7 Å и 2852,1 Å.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Метол — гидрохиноновый проявитель, рекомендуется готовить следующим образом.

Раствор I

Взвешивают с точностью до 1 *г* навески следующих препаратов:

Метил-пара-аминофенол-сульфат (метол) по ГОСТ 24—40, 2 *г*.

Гидрохинон (пара-диоксибензол) по ГОСТ 2549—44, 10 *г*.

Натрий сернистокислый (натрий сульфит) кристаллический по ГОСТ 429—41, 104 *г*.

Навески растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора водой до 1 *л*, перемешивают и, если нужно, фильтруют.

Раствор II

Взвешивают с точностью до 1 *г* навески следующих препаратов:

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—41, 16 *г* или

Натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84—41, 40 *г*.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—48, 2 *г*.

Навески растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора водой до 1 *л*, перемешивают и, если нужно, фильтруют.

Раствор проявителя готовят, сливая равные объемы *I* и *II* растворов.

Быстро действующий фиксаж, который рекомендуется готовить следующим образом: взвешивают с точностью до 1 *г* навески следующих препаратов.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—48, 500 *г*.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—47, 100 *г*.

Навески растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора водой до 2 *л*, перемешивают и, если нужно, фильтруют.

в) *Описание определения*

1) Подготовка испытуемой пробы:

2 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 3 *мл* воды и перемешивают.

2) Приготовление эталонных растворов.

Для каждого эталонного раствора взвешивают с точностью до 0,01 *г* 20 *г* сернокислого кадмия, не содержащего натрия, кальция и магния и добавляют нижеуказанные количества Na, Ca, Mg (в виде растворов, содержащих 1 *мг* в 1 *мл*).

I эталон для препарата квалификации «х. ч.»:

1 *мг*	Na,	что соответствует	0,005% Na
1 *мг*	Ca	» »	0,005% Ca
0,6 *мг*	Mg	» »	0,003% Mg

II эталон для препарата «ч. д. а.»:

2 *мг*	Na,	что соответствует	0,01% Na
2 *мг*	Ca	» »	0,01% Ca
1,2 *мг*	Mg	» »	0,006% Mg

III эталон для препарата «ч.»:

3 *мг*	Na,	что соответствует	0,015% Na
3 *мг*	Ca	» »	0,015% Ca
2 *мг*	Mg	» »	0,01% Mg

IV эталон для определения примесей в препаратах, не выдерживающих испытания по нормам ГОСТа:

4 *мг*	Na,	что соответствует	0,02% Na
4 *мг*	Ca	» »	0,02% Ca
3 *мг*	Mg	» »	0,015% Mg,

доводят объемы растворов дистиллированной водой до 30 *мл* и перемешивают.

3. Рекомендуемые условия съемки спектрограммы.

Анализ производят в активированной дуге переменного тока, применяя в качестве нижних спектрально-чистые угольные электроды, в качестве верхних — медные.

Напряжение — 220—200 *в*.

Сила тока — 3—4 *а*.

Рекомендуемые условия анализа.

Ширина щели — 0,015 *мм*.

Дуговой промежуток — 2 *мм*.

Расстояние сферического конденсора от щели — 70 *см*.

Расстояние источника света от щели — 85 *см*.

Время экспозиции — 45 сек.

Перед каждой съемкой электроды предварительно обжигают в течение 2 мин. 30 сек. и затем снимают спектр для контроля на отсутствие в электродах примесей.

После обжига электродов и некоторого охлаждения их в кратер нижнего, еще теплого, электрода вносят 6 капель испытуемого раствора и после испарения воды снимают спектрограмму. Также поступают с эталонными растворами. Спектры испытуемого и эталонных растворов снимают на одной пластинке по 2—3 раза.

Фотопластинки затем проявляют (время проявления — 5 мин.), фиксируют и высушивают на воздухе.

Полученные спектрограммы фотометрируют на микрофотометре, определяя почернение аналитических линий Na—5889,9 Å и 5895,9 Å; Ca — 4226,7 Å; Mg — 2852,1 Å и соседнего фона в спектрах испытуемого раствора и в спектрах эталонных растворов. Находят среднее арифметическое величин $\lg \frac{i_ф}{i_э}$ для каждого раствора, где:

$i_ф$ — отброс гальванометра для фона у соответствующих линий;

$i_э$ — то же, для аналитической линии определяемого элемента.

Эти величины для испытуемого препарата не должны превышать соответствующих величин для эталонов.

15. Определение содержания таллия и алюминия

а) *Применяемые аппаратура и материалы*

Кварцевый спектрограф ИСП-22 с кварцевым конденсором ($F = 160$ *мм*).

Генератор ПС-39 или генератор ДГ-1.

Спектропроектор ПС-18.

Микрофотометр МФ-2 или микрофотометр другой системы.

Секундомер.

Спектральночистые угольные электроды, проверенные на отсутствие Al и Tl, нижние — с каналом глубиной 5 *мм* и диаметром 3 *мм*, верхние — с плоской торцевой поверхностью.

Фотопластинки по ГОСТ 2817—50, изохром, контрастные или нормальные, чувствительность 45 единиц ГОСТ.

б) *Применяемые реактивы и растворы*

Кадмий сернокислый, не содержащий Tl и Al (проверяют спектральным анализом в условиях данного определения).

Раствор, содержащий $Tl^{\cdot}$, готовят следующим образом: взвешивают 0,123 *г* сернокислого таллия (Tl_2SO_4), помещают навеску в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, растворяют в воде, доводят объем водой до метки и перемешивают.

1 *мл* полученного раствора содержит 1 *мг* Tl.

Путем последующего разбавления полученного раствора водой готовят раствор, содержащий в 1 *мл* 0,4 *мг* Tl.

Раствор, содержащий $Al^{\cdots}$, готовят по ГОСТ 4212—48, с последующим разбавлением полученного раствора водой (в 1 *мл* 0,2 *мг* Al).

Растворы проявителя и фиксажа готовят в соответствии с п. 14 настоящего стандарта.

в) *Описание определения*

1) Подготовка испытуемой пробы:

2 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г* и растворяют в 3 *мл* дистиллированной воды.

2) Приготовление эталонных растворов:

Первый эталон

К 20 *г* препарата, не содержащего Tl и Al, добавляют 2,5 *мл* раствора, содержащего в 1 *мл* 0,4 *мг* Tl, 10 *мл* раствора, содержащего в 1 *мл* 0,2 *мг* Al и 17,5 *мл* воды (эталон содержит 0,005% Tl и 0,01% Al).

Второй эталон

К 20 *г* препарата, не содержащего Tl и Al, добавляют 10 *мл* раствора, содержащего в 1 *мл* 0,4 *мг* Tl, 10 *мл* раствора, содержащего в 1 *мл* 0,2 *мг* Al и 10 *мл* воды (эталон содержит 0,02% Tl и 0,01% Al).

3) Рекомендуемые условия съемки спектрограммы:

Напряжение — 200—220 *в*.

Сила тока — 4 *а*.

Ширина щели — 0,01 *мм*.

Дуговой промежуток — 2 *мм*.

Расстояние сферического конденсора от щели — 70 *см*.

Расстояние источника света от щели — 85 *см*.

Время экспозиции — 30 сек.

На одной фотопластинке снимают по 2—3 раза спектры испытуемого раствора и эталонных растворов, помещая в канал нижнего, несколько остывшего электрода, пипеткой по 5 капель соответствующего раствора. Для каждого спектра берут новую пару электродов, подвергая их предварительному обжигу в дуге в течение 30 сек. Щель спектрографа открывают ранее зажигания дуги.

Фотопластинки проявляют (5 мин.), фиксируют и высушивают на воздухе. Затем фотометрируют линии Tl 5350,5 Å и Al 3961,5 Å и соседний с ними фон в спектрах испытуемого и эталонных растворов и находят среднее арифметическое:

$$\lg \frac{i_\phi}{i_{Tl}} \text{ и } \lg \frac{i_\phi}{i_{Al}} \text{ для каждого раствора,}$$

где:

i_ϕ — отброс гальванометра для фона;

i_{Tl}, i_{Al} — отбросы для аналитических линий таллия и алюминия.

Препарат считают соответствующим стандарту, если эти величины для испытуемого раствора будут не более соответствующих величин для эталонных растворов.

В спектре препарата «х. ч.» линий Al 3961,5 Å и 3944,0 Å не должно быть.

gost.e-ecolog.ru

Стандартгиз. Подп. к печ. 5/X 1957 г. 1 п. л. Тир. 3000

Тип. «Московский печатник» Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2980