СССР
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 8421—57

Реактивы
КАДМИЙ ИОДИСТЫЙ

Издание официальное

МОСКВА
1957

gost.e-ecolog.ru

СССР
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 8421—57

Реактивы
КАДМИЙ ИОДИСТЫЙ

Издание официальное

МОСКВА
1957

Издание официальное

СССР Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Реактивы КАДМИЙ ИОДИСТЫЙ	ГОСТ 8421—57 Группа Л51

Кадмий иодистый представляет собой белые чешуйчатые блестящие кристаллы, легко растворимые в воде.

Формула: CdJ_2.

Молекулярный вес (по международным атомным весам 1956 г.) — 366,23.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1. Содержание иодистого кадмия (CdJ_2) в %%, не менее:

для препарата «чистый для анализа» . . . 99,8

» » «чистый» 99,3

2. Наибольшие количества допустимых примесей в процентах:

Наименования примесей	„Чистый для анализа"	„Чистый"
1. Не растворимые в воде вещества	0,005	0,03
2. Сульфаты (SO_4)	0,001	0,005
3. Свободный иод и иодаты	Должен соответствовать испытанию по п. 7	
4. Железо (Fe)	0,0005	0,0005
5. Хлориды и бромиды (в пересчете на Cl)	0,002	0,005
6. Цинк (Zn)	0,002	0,004
7. Медь (Cu)	0,005	0,005
8. Натрий (Na)	0,0025	0,005
9. Кальций (Ca)	0,0025	0,0025
10. Магний (Mg)	0,0015	0,003

Внесен Министерством химической промышленности	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 21/III 1957 г.	Срок введения 1/VI 1957 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

II. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

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

Общий вес средней отобранной пробы должен быть не менее 250 *г*.

4. Определение содержания иодистого кадмия (CdJ_2)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Индикаторная смесь хромогена черного ЕТ00 с хлористым натрием (по ГОСТ 4233—48 «ч. д. а.»), которую готовят следующим образом: взвешивают 0,25 *г* хромогена с точностью до 0,01 *г*, 25 *г* хлористого натрия с точностью до 0,1 *г* и растирают обе навески в ступке.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47.

Буферная смесь с концентрацией pH=9,5—10, которую готовят следующим образом: 54 *г* хлористого аммония (по ГОСТ 3773—47 «ч. д. а.») взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 200 *мл* воды, к полученному раствору прибавляют 350 *мл* раствора аммиака, после чего доводят объем водой до 1 *л*.

Динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б), 0,05 м раствор, который готовят следующим образом: 18,62 *г* трилона Б взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в воде в мерной колбе емкостью 1 *л*, объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Коэффициент молярности раствора трилона Б устанавливают по металлическому цинку марки ЦВ или ЦО (ГОСТ 3640—47) следующим образом.

Приготовление точно 0,05 м *раствора цинка*

3,2690 *г* цинка, превращенного в стружку, помещают в фарфоровую чашку и растворяют в смеси 100 *мл* воды и 15 *мл* азотной кислоты уд. в. 1,34—1,4, накрыв чашку стеклом. Затем тщательно смывают стекло водой, собирая воду в ту же чашку, и упаривают содержимое чашки до объема 1—2 *мл*. Остаток из чашки переносят количественно водой в мерную колбу емкостью 1 *л* и доводят объем раствора водой до метки. Раствор тщательно перемешивают.

Установка коэффициента молярности раствора трилона Б

25 *мл* 0,05 м раствора цинка помещают в коническую колбу емкостью 250—300 *мл*, добавляют 5 *мл* раствора буферной смеси, ~ 0,1 *г* индикаторной смеси хромогена черного с хлористым натрием, перемешивают до растворения индикатора и титруют 0,05 м раствором трилона Б до перехода красно-фио-

летовой окраски раствора в ярко-синюю (без фиолетового оттенка).

Коэффициент молярности (K) 0,05 м раствора трилона $Б$ вычисляют по формуле:

$$K = \frac{25}{V_1},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, в *мл*.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

Около 0,5 *г* иодистого кадмия взвешивают с точностью до 0,0002 *г* и растворяют в 100 *мл* воды в конической колбе емкостью 250—300 *мл*. К раствору добавляют 5 *мл* раствора буферной смеси, около 0,1 *г* индикаторной смеси хромогена черного с хлористым натрием, перемешивают до растворения индикатора и титруют раствором трилона Б до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в ярко-синюю (без фиолетового оттенка).

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

$$X = \frac{V \cdot 0{,}0183115 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 0,05 м раствора трилона Б в *мл*;

0,0183115 — количество иодистого кадмия, соответствующее 1 *мл* точно 0,05 м раствора трилона Б, в *г*;

G — навеска препарата в *г*.

5. Определение содержания нерастворимых в воде веществ. 50 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г* и растворяют в 200 *мл* горячей дистиллированной воды (по ГОСТ 6709—53). Раствор выдерживают 1 час на кипящей водяной бане, закрыв стакан часовым стеклом, после чего фильтруют через стеклянный фильтрующий тигель № 4. Остаток на фильтре промывают 100 *мл* горячей дистиллированной воды (ГОСТ 6709—53) и сушат при температуре 105—110° до постоянного веса. Препарат считают соответствующим стандарту, если вес высушенного остатка будет не более:

для препарата «чистый для анализа» . . . 2,5 *мг*

» » «чистый» . . . . . 15 »

6. Определение содержания сульфатов (SO_4)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота уксусная по ГОСТ 61—51, ледяная, «х. ч.».

Барий хлористый по ГОСТ 4108—48, 20%-ный раствор.

Крахмал свежеприготовленный, 1%-ный раствор.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Растворы хлористого бария и крахмала фильтруют через плотный фильтр, предварительно промытый горячей дистиллированной водой.

б) *Описание определения*

1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в коническую колбу емкостью 50 *мл* и растворяют в 25 *мл* воды (в случае необходимости раствор фильтруют через промытый горячей водой фильтр). Затем к раствору добавляют 1 *мл* уксусной кислоты, 3 *мл* раствора крахмала, 8 *мл* раствора хлористого бария и перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая в испытуемом растворе опалесценция через 30 мин. будет не интенсивнее опалесценции одновременно приготовленного эталонного раствора, содержащего в том же объеме:

для препарата «чистый для анализа» . . . 0,01 *мг* SO_4,
» » «чистый» . . . . . 0,05 » SO_4,

1 *мл* уксусной кислоты, 3 *мл* раствора крахмала, 3 *мл* раствора хлористого бария.

7. Испытание на свободный иод и иодаты

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Крахмал, 0,5%-ный раствор.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г* и растворяют в 20 *мл* воды. К раствору прибавляют 2 *мл* раствора крахмала.

Препарат считают соответствующим стандарту, если раствор останется бесцветным (отсутствие свободного иода).

Бесцветный раствор подкисляют 1 *мл* раствора серной кислоты.

Препарат считают соответствующим стандарту, если раствор останется бесцветным (отсутствие иодатов).

8. Определение содержания железа (Fe)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

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

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

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

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—48, 0,1 н раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в коническую колбу емкостью 50 *мл* и растворяют в 15 *мл* воды. К раствору добавляют 2 *мл* раствора сульфосалициловой кислоты, 0,1 *мл* раствора серноватистокислого натрия, перемешивают, добавляют 5 *мл* раствора аммиака и снова перемешивают.

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

К 15 *мл* воды, содержащим:

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

прибавляют 2 *мл* раствора сульфосалициловой кислоты, 0,1 *мл* раствора серноватистокислого натрия, перемешивают, добавляют 5 *мл* раствора аммиака и снова перемешивают.

9. Определение содержания хлоридов и бромидов (в пересчете на Cl)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, разбавленная 1 : 4.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—48, «х. ч.», 10%-ный раствор.

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

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

Бумага иодкрахмальная, которую готовят следующим образом: растворяют 0,5 *г* растворимого крахмала в 100 *мл* кипящей воды. В полученном растворе крахмала, который должен быть прозрачным, растворяют 1 *г* иодистого калия «ч. д. а.»,

смачивают этим раствором беззольные фильтры и после высушивания разрезают их на полоски шириною 5—10 *мм*.

Раствор, содержащий Cl', 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* и растворяют в 50 *мл* воды в конической колбе емкостью 150 *мл*. К раствору добавляют 10 *мл* раствора серной кислоты, 10 *мл* раствора азотистокислого натрия и кипятят до полного удаления иода и окислов азота (проба с иодкрахмальной бумажкой). Объем охлажденного раствора доводят водой до 100 *мл*, прибавляют 2 *мл* раствора азотной кислоты и 1 *мл* раствора азотнокислого серебра.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 15 мин. опалесценция испытуемого раствора будет не интенсивнее опалесценции эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым и содержащего в том же объеме:

для препарата «чистый для анализа» . 0,01 *мг* Cl,
» » «чистый» . . . . . 0,025 » Cl,

10 *мл* раствора серной кислоты, 2 *мл* раствора азотной кислоты и 1 *мл* раствора азотнокислого серебра.

Примечание. В результат определения необходимо вводить поправку на содержание Cl' в применяемом количестве азотистокислого натрия.

10. Определение содержания цинка (Zn)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

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

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

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

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

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

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

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

тельно очищенный следующим образом: к 200 *мл* изоамилового спирта прибавляют 27 *мл* раствора, состоящего из 20 *мл* воды, 2 *мл* раствора аммиака и 5 *мл* раствора хлористого аммония, и затем спирт промывают путем встряхивания в делительной воронке с последующим удалением промывной жидкости. Промывание повторяют 3—4 раза, а затем, если изоамиловый спирт сильно замутится, его фильтруют через двойной бумажный фильтр под вакуумом.

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

Метиловый оранжевый 0,1%-ный раствор.

Кристаллический фиолетовый 0,06%-ный раствор, который готовят следующим образом: 0,06 *г* кристаллического фиолетового взвешивают с точностью до 0,001 *г* и растворяют в 100 *мл* горячей дистиллированной воды при перемешивании. После охлаждения раствор фильтруют через фильтрующую воронку № 4.

Кислота винная по ГОСТ 5817—55 «ч. д. а.», 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* и растворяют в 10 *мл* воды, раствор помещают в делительную воронку емкостью 50 *мл*. К раствору прибавляют 3 *мл* 60%-ного раствора роданистого аммония и 0,1 *мл* разбавленной серной кислоты, перемешивают и добавляют 10 *мл* изоамилового спирта. Содержимое воронки энергично встряхивают в течение 2 мин. и выдерживают до полного расслоения жидкостей. Нижний слой отбрасывают, а слой изоамилового спирта трижды промывают кислой смесью (каждый раз по 10 *мл*) 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 емкостью 25 *мл*, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают (раствор А).

Для приготовления эталонных растворов 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 разные 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 (соответствуют 0,1 *г* препарата), прибавляют для нейтрализации предварительно установленное количество 1 н раствора соляной кислоты, затем добавляют 1,25 *мл* 0,5 н раствора соляной кислоты, 0,5 *мл* раствора кристаллического фиолетового (пользуясь пипеткой с ценой деления 0,01 *мл*), 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 наблюдаемая через 1—2 мин. зеленая, сине-фиолетовая или фиолетовая окраска испытуемого раствора не будет иметь более сильного фиолетового оттенка, чем окраска одновременно приготовленного таким же образом в такой же пробирке эталонного раствора, содержащего: 2,5 *мл* раствора Б,

для препарата «чистый для анализа» . . . 0,002 *мг* Zn,
» » «чистый» . . . . . 0,004 » 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.

11. Определение содержания меди (Cu)

а) *Применяемая аппаратура и материалы*

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

Генератор ПС-39 или генератор ДГ-1.

Микрофотометр МФ-2 или другой системы.

Спектропроектор с 20-кратным увеличением.

Спектрально-чистые угольные электроды (диаметр 5—6 *мм*) нижние с каналом (глубина 7 *мм*, диаметр 3 *мм*), верхние с плоской разрядной поверхностью.

Фотопластинки спектральные типа П32 единицы ГОСТ.

б) *Применяемые реактивы и растворы*

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

Раствор, содержащий медь (Cu), готовят по ГОСТ 4212—48.

Кадмий сернокислый «х. ч.» по ГОСТ 4456—56, не содержащий примеси Cu.

На отсутствие меди препарат испытывают в условиях прописи п. 11*в* настоящего стандарта, при этом в спектре не должно быть линии Cu 3247 Å.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Метол — гидрохиноновый проявитель, который рекомендуется готовить следующим образом:

Раствор I. Взвешивают с точностью до 0,1 *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 0,1 *г* навески следующих препаратов:

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—41, 16 *г* или 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 растворов I и II.

Быстродействующий фиксаж, который рекомендуется готовить следующим образом. Взвешивают с точностью до 1 *г* навески следующих препаратов:

Натрий серноватистокислый 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.

Раствор, содержащий медь (Cu), готовят по ГОСТ 4212—48

(путем разбавления водой получают раствор, содержащий 0,05 *мг* Cu в 1 *мл*).

в) *Описание определения*

Подготовка испытуемой пробы

1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в фарфоровую чашку, смачивают 2 *мл* воды и 3 *мл* серной кислоты (ГОСТ 4204—48), разбавленной 1 : 1 и выпаривают на песочной бане до удаления паров серной кислоты. Остаток растворяют в 3 *мл* воды и перемешивают.

Приготовление эталонного раствора

0,7 *г* сернокислого кадмия, не содержащего меди, взвешивают с точностью до 0,01 *г*, добавляют 0,05 *мг* Cu (в виде раствора, содержащего медь), доводят объем раствора водой до 3 *мл* и перемешивают (эталон соответствует 0,005% Cu).

Рекомендуемые условия съемки спектрограммы

Анализ производят в активизированной дуге переменного тока, применяя спектрально-чистые угольные электроды.

Напряжение — 200 *в*.

Сила тока — 6 *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 — 30 сек.

Перед каждой съемкой электроды предварительно обжигают в течение 2 мин. 30 сек. и затем снимают спектр для контроля на отсутствие в электродах примеси меди. 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 эталонным раствором. Спектры испытуемого и эталонного 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 Cu 3247Å и соседнего фона в спектрах испытумого и эталонного 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.

Препарат считают соответствующим стандарту, если эта величина для испытуемого раствора будет не более соответствующей величины для эталонного раствора.

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

а) *Применяемая аппаратура и материалы*

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

Генератор ПС-39 или генератор ДГ-1.

Спектропроектор с 20-кратным увеличением.

Микрофотометр МФ-2 или другой системы.

Секундомер.

Спектрально-чистые угольные электроды с каналом (глубина 7 *мм*, диаметр 3 *мм*).

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

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

б) *Применяемые реактивы и растворы*

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

Растворы, содержащие Na, Ca, Mg, готовят по ГОСТ 4212—48.

Кадмий сернокислый по ГОСТ 4456—56, «х. ч.», не содержащий Na, Ca, Mg, который готовят многократной перекристаллизацией. После высушивания на воздухе препарат испытывают на отсутствие в нем солей натрия, кальция и магния в условиях прописи спектрального определения содержания этих элементов по п. 12*в* настоящего стандарта (приготовление эталонных растворов). При этом в спектре должны отсутствовать линии:

натрия 5895,9 Å и 5889,9 Å;

кальция 3933,6 Å, 3968,5 Å и 4226,7 Å;

магния 2795,5 Å, 2802,7 Å и 2852,1 Å.

Метол — гидрохиноновый проявитель (приготовление см. п. 11 настоящего стандарта).

Быстродействующий фиксаж (приготовление см. п. 11 настоящего стандарта).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

в) *Описание определения*

Подготовка испытуемой пробы

2 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в фарфоровую чашку, прибавляют 2 *мл* воды, 10 *мл* раствора серной кислоты и выпаривают осторожно на плитке при умеренном подогреве до прекращения выделения паров серной кислоты. Остаток растворяют в 2 *мл* воды. Прибавляют 5 *мл* раствора серной кислоты и снова выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 3 *мл* воды.

Приготовление эталонных растворов

Для каждого эталонного раствора взвешивают с точностью до 0,01 *г* 14 *г* кадмия сернокислого (не содержащего Na, Ca, Mg) и добавляют указанные ниже количества Na, Ca, Mg (в виде растворов, содержащих 1 *мг* в 1 *мл*).

I эталон для препарата квалификации «ч. д. а.»:

0,5	*мг*	Na, что соответствует		0,0025% Na
0,5	»	Ca »	»	0,0025% Ca
0,3	»	Mg »	»	0,0015% Mg

II эталон для препарата квалификации «чистый»:

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

III эталон для определения примесей в препаратах, не выдерживающих испытания по нормам настоящего стандарта:

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

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

Рекомендуемые условия съемки спектрограммы

Анализ проводят в активизированной дуге переменного тока со спектрально-чистыми угольными электродами.

Напряжение 200—220 *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 1 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 не остывшего 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 соседних фонов в спектрах испытуемого препарата и эталонных растворов.

Затем вычисляют среднее арифметическое величин:

$$\lg \frac{^{i}\varphi}{^{i}\mathrm{Na}}; \lg \frac{^{i}\varphi}{^{i}\mathrm{Ca}}; \lg \frac{^{i}\varphi}{^{i}\mathrm{Mg}}$$ для каждого раствора,

где:

$^{i}\varphi$ — отбросы гальванометра для соседних с линиями участков спектра;

$^{i}\mathrm{Na}$; $^{i}\mathrm{Ca}$; $^{i}\mathrm{Mg}$ — отбросы гальванометра для аналитических линий соответствующих элементов.

Эти величины для испытуемого раствора не должны превышать таковых для соответствующих эталонных растворов.

III. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

13. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—54.

Вид упаковки: Бо-2 и Бо-4.

Группы фасовки: II и III.

gost.e-ecolog.ru

Стандартгиз. Подп. к печ. 25/IV 1957 г. 1 п. л. Тир. 6000

Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1177