Издание официальное

Управление по стандартизации при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 6262—52
	Реактивы КАДМИЙ АЗОТНОКИСЛЫЙ	Группа Л51

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

Азотнокислый кадмий представляет собой белые гигроскопические кристаллы, легко растворимые в воде.

Формула: $Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$.

Молекулярный вес (по международным атомным весам 1949 г.) — 308,49.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

1. Содержание азотнокислого кадмия ($Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$):
для препарата «чистый для анализа» . . не менее 99%
» » «чистый» . . . . . » » 98,5%

2. Наибольшие количества допустимых примесей в %%:

Названия примесей	„Чистый для анализа"	„Чистый"
а) Нерастворимые в воде вещества	0,003	0,01
б) Хлориды (Cl)	0,0005	0,001
в) Сульфаты (SO_4)	0,003	0,003
г) Железо (Fe)	0,0001	0,0005
д) Щелочные и щелочно-земельные металлы (в виде сульфатов)	0,1	0,2
е) Цинк (Zn)	0,002	0,005
ж) Свинец, медь	Должен выдерживать испытания по п. 11	

II. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И ОТБОР ПРОБ

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

III. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

4. Определение содержания азотнокислого кадмия ($Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$)

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

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

Вода дистиллированная.

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

Переиздание. Июль 1953 г.

gost.e-ecolog.ru

б) *Описание определения*

Около 1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,0002 *г*, помещают во взвешенный фарфоровый тигель, прибавляют 2 *мл* раствора серной кислоты и выпаривают на водяной бане, затем нагревают на песочной бане до удаления паров серной кислоты и прокаливают в воздушной бане (фарфоровый тигель с асбестовым кольцом) до постоянного веса.

Содержание азотнокислого кадмия в процентах вычисляют по формуле:

$$X=\frac{\left(G_1-\frac{G\cdot G_2}{100}\right)\cdot 1{,}4797\cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес прокаленного остатка сернокислого кадмия в *г*;

G_2 — процентное содержание щелочных и щелочно-земельных металлов, определенное по п. 9;

G — навеска испытуемого препарата в *г*;

1,4797 — коэффициент пересчета веса сернокислого кадмия на вес $Cd(NO_3)_2\cdot 4H_2O$.

5. Определение содержания нерастворимых в воде веществ. 50 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 200 *мл* воды и, накрыв стакан часовым стеклом, нагревают раствор на водяной бане в течение одного часа. Затем раствор 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» . . . . 1,5 *мг*
» » «чистый» . . . . . 5,0 »

6. 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.
Вода дистиллированная.
Раствор, содержащий Cl′, готовят по ГОСТ 4212—48.

б) *Описание определения*

2 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 30 *мл* воды в конической колбе емкостью 50 *мл*, прибавляют 1 *мл* раствора азотной кислоты и 1 *мл* раствора азотнокислого серебра. Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 15 мин. опалесценция будет не интенсивнее опалесценции эталонного раствора, содержащего в том же объеме

для препарата «чистый для анализа» . . . 0,01 *мг* Cl
» » «чистый» . . . . . 0,02 » 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.», уд. в. 1,1885 и раствор уд. в. 1,12.

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

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

Вода дистиллированная.

б) *Описание определения*

15 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в чашку, приливают 15 *мл* соляной кислоты, уд. в. 1,1885, и выпаривают досуха на водяной бане, в конце выпаривания остаток растирают стеклянной палочкой. Затем остаток смачивают 1 *мл* раствора соляной кислоты, уд. в. 1,12, растворяют в 100 *мл* воды и, если раствор окажется мутным, фильтруют. Раствор нагревают до кипения и прибавляют 2 *мл* раствора хлористого бария. Через 18—20 час. выпавший осадок отфильтровывают на стеклянный фильтрующий тигель № 4, промывают водой до исчезновения реакции на Cl' и высушивают при температуре 140—150°С до постоянного веса.

Препарат считают соответствующим стандарту, если вес высушенного осадка будет не более 1 *мг*.

Коэффициент пересчета веса $BaSO_4$ на вес SO_4 — 0,4115.

Примечание. Необходимо ставить контрольный опыт на содержание сульфатов в применяемом количестве соляной кислоты.

8. Определение содержания железа (Fe)

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.
Вода дистиллированная.
Раствор, содержащий Fe···, 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*, растворяют в 5 *мл* воды, прибавляют 2 *мл* раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют 10 *мл* водного раствора аммиака и снова перемешивают.

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

К 5 *мл* воды, содержащим

для препарата «чистый для анализа» . . . 0,002 *мг* Fe
» » «чистый» . . . . . 0,010 » 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:*

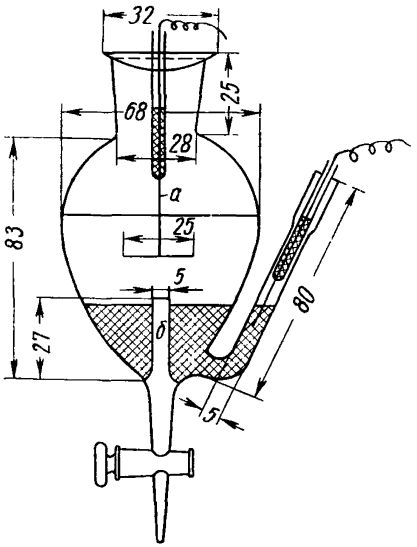
Кислота серная по ГОСТ 4204—48, уд. в. 1,835 и раствор уд. в. 1,11.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 10%-ный раствор.
Паранитрофенол, 0,2%-ный водный раствор.
Аммоний сернистый, раствор, не содержащий углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—48.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, раствор уд. в. 1,12.
Вода сероводородная, 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, нагревают 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 в сосуд воду для

промывки 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 1,5 часа на водяной бане, после чего фильтруют через двойной плотный фильтр, к фильтрату прибавляют 2 *мл* раствора серной кислоты, уд. в. 1,11, и выпаривают на водяной бане досуха, а затем нагревают сначала на песочной бане, а потом 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» . . . 1 *мг*
» » «чистый» . . . . . 2 »

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 продувают при помощи водоструйного насоса воздух в течение 6—8 час.

Затем ртуть пропускают 3 раза через колонку длиной 70 *см*, наполненную тем же раствором, и два раза через дистиллированную воду. Колонка на всем протяжении своей поверхности имеет вмятины наподобие елочного дефлегматора и внизу оканчивается сифонообразной трубкой. Для окончательной очистки ртуть после повторной сушки перегоняют в вакууме. Все работы со ртутью производятся только под тягой с соблюдением всех правил, предусмотренных инструкцией по технике безопасности.

10. Определение содержания цинка (Zn)

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 0,5 н раствор.
Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—48.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—51.
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^{++}, готовят по ГОСТ 4212—48.

б) *Описание определения*

0,5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, прибавляют 0,3 *г* сернокислого натрия, смесь растворяют в 3 *мл* воды, затем при помешивании прибавляют 30 *мл* этилового спирта и перемешивают до тех пор, пока выпавший осадок не перестанет увеличиваться. Через 10—15 мин. осадок отфильтровывают, промывают на фильтре два 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 (соответствует 0,05 *г* препарата) помещают в пробирку емкостью 20—25 *мл*, прибавляют 2,5 *мл* 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» . . . 0,001 *мг* Zn
» » «чистый» . . . . . 0,0025 » Zn,

прибавляют 2,5 *мл* 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 определение можно делать одновременно не более чем в трех образцах.

11. Испытание на примесь свинца и меди

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

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

б) *Описание испытания*

5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 10 *мл* воды в конической колбе емкостью 50 *мл*, если нужно, фильтруют и прибавляют 20 *мл* раствора аммиака.

Препарат считают соответствующим стандарту, если при рассматривании испытуемого раствора в проходящем свете на

Цена 25 коп.

белом фоне не будет голубого оттенка, а при рассматривании на черном фоне не будет опалесценции. Для сравнения применяют фильтрованный раствор 5 *г* препарата в 10 *мл* воды.

IV. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

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

gost.e-ecolog.ru

Л73142 Стандартгиз. Подп. к печ. 26/IX 1953 г. 0,5 п. л. Тир. 3000

Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6 Зак. 2277