МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАДМИЙ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Метод определения содержания ртути

ГОСТ 19674—74

Cadmium of high puriti.
Method for the determination of mercury content

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.75

Настоящий стандарт распространяется на кадмий, содержащий не менее 99,9997 % кадмия, и устанавливает колориметрический метод определения содержания ртути (при содержании ртути от $4 \cdot 10^{-5}$ % до $2 \cdot 10^{-4}$ %).

Метод основан на колориметрическом определении ртути по обесцвечиванию желтого комплекса диэтилдитиокарбамината меди в четыреххлористом углероде за счет вытеснения ртутью меди из этого комплекса и образования бесцветного диэтилдитиокарбамината ртути. Определению мешает серебро. Его предварительно осаждают в виде хлорида.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 12072.0.

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют методом стандартной добавки.

Содержание ртути в добавке (стандартном растворе) должно составлять 50—100 % ее содержания в анализируемом материале, но в сумме не превышать значения $2 \cdot 10^{-4}$ %. Величину добавки определяют по разности $\overline{C}_2 - \overline{C}_1$, где $\overline{C}_1$ и $\overline{C}_2$ — результаты анализа пробы C_1 и пробы с добавкой C_2, рассчитанные как среднеарифметическое трех параллельных определений.

Результат анализа считается правильным, если найденная величина добавки отличается от расчетного значения не более чем на 0,00004 %.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.3. Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 22860.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Пробирки стеклянные из бесцветного стекла с плоским дном и пробками на шлифах, диаметром 10—12 мм, длиной 150 мм.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, насыщенный раствор и раствор c ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$) = 0,2 моль/дм^3; готовят следующим образом: 27,2 г уксуснокислого натрия растворяют в 200—300 см^3 воды и разбавляют до 1 дм^3 дистиллированной водой.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Метиловый оранжевый, 0,1 %-ный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор $c(CH_3COOH)$ = 0,2 моль/дм^3; готовят следующим образом: 11,5 см^3 ледяной уксусной кислоты разбавляют до 1 дм^3 водой.

Ацетатный буферный раствор, pH 4; готовят следующим образом: к 800 см^3 раствора уксусной кислоты 0,2 моль/дм^3 прибавляют 200 см^3 раствора уксуснокислого натрия 0,2 моль/дм^3.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, 1 %-ный водный раствор.

Аммиак по ГОСТ 3760.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Диэтилдитиокарбаминат меди; готовят следующим образом: 40 мг сернокислой меди, растворенной в 50 см^3 воды, помещают в делительную воронку. Подщелачивают аммиаком до образования аммиачного комплекса меди, приливают 4,5 см^3 1 %-ного раствора диэтилдитиокарбамината натрия и экстрагируют порциями по 20—25 см^3 четыреххлористого углерода до получения бесцветного экстракта. Органический слой собирают в другую делительную воронку и промывают 2—3 раза водой объемом по 20—30 см^3. Отмытый раствор диэтилдитиокарбамината меди разбавляют в мерной колбе вместимостью 500 см^3 четыреххлористым углеродом. Запасной раствор в темной склянке с притертой пробкой можно хранить длительное время. Рабочий раствор готовят в день применения разбавлением данного раствора примерно в 10 раз четыреххлористым углеродом.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Стандартные растворы ртути; готовят следующим образом: взвешивают каплю металлической ртути (0,1000—0,2000 г) и растворяют ее при слабом нагревании (не кипятить) в 10 см^3 азотной кислоты. Нагревают раствор до удаления оксидов азота, разбавляют водой до 50 см^3 и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Затем доводят объем в мерной колбе водой до метки и перемешивают.

Разбавлением водой готовят раствор, содержащий 1 мкг ртути в 1 см^3. Разбавленный раствор готовят в день применения.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску 5,000 г кадмия марки Кд 000 растворяют при слабом нагревании в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, добавляя ее небольшими порциями. Затем приливают 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и осторожно выпаривают до начала выпадения солей. Стенки колбы обмывают водой и снова выпаривают до начала выпадения солей. Последнюю операцию повторяют еще раз. Приливают 10 см^3 воды для растворения выпавших солей, 0,2 г хлористого натрия и фильтруют (при необходимости) раствор в делительную воронку. Затем нейтрализуют до pH 4 насыщенным раствором уксуснокислого натрия по метиловому оранжевому, разбавляют до 50 см^3 ацетатным буферным раствором, имеющим pH около 4 и прибавляют 2 см^3 рабочего раствора диэтилдитиокарбамината меди. Содержимое воронки встряхивают 1 мин. После отстаивания органический слой сливают в сухую стеклянную пробирку со шлифом. Сравнивают окраску полученного раствора с окраской шкалы стандартных растворов ртути.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Приготовление шкалы стандартных растворов.

В конические колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 2; 4; 6; 8 и 10 см^3 стандартного раствора ртути, содержащего 1 мкг ртути в 1 см^3. Разбавляют ацетатным буферным раствором до 10—20 см^3.

Содержимое колб последовательно переносят в делительную воронку. Колбы обмывают водой и разбавляют до 50 см^3 тем же ацетатным буферным раствором, затем приливают 2 см^3 рабочего раствора диэтилдитиокарбамината меди, встряхивают тщательно 1 мин и после отстаивания сливают органический слой в стеклянную пробирку со шлифом.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю ртути (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m_2 \cdot 10000},$$

где m_1 — количество ртути в пробирке, окраска которой совпала с окраской пробы, мкг;

m_2 — навеска пробы, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов трех параллельных определений.

4.2. Разность большего и меньшего из трех результатов параллельных определений и разность двух результатов анализа с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должна превышать 0,00004 %.

4—4.2 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. При определении ртути в кадмии высокой чистоты используются следующие химические реактивы, оказывающие вредное действие на организм человека: четыреххлористый углерод, ртуть, аммиак, серная и азотная кислоты.

При работе с названными веществами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.007.

Кадмий и его неорганические соединения токсичны, относятся к веществам 1-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007. Эти вещества чрезвычайно опасные, оказывающие на человека общетоксическое действие. ПДК кадмия и его неорганических соединений в воздухе рабочей зоны — 0,05/0,01 мг/м^3.

Металлический кадмий пожаровзрывобезопасен.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.2. Химические реактивы, применяемые для анализа, должны храниться в шкафах или боксах, оборудованных вентиляцией, в упакованном виде.

Пробы кадмия, поступившие на анализ, хранят в пакетах из плотной бумаги в специальном шкафу.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны — по ГОСТ 12.1.005.

5.4. Определение концентрации вредных веществ — по методикам, утвержденным Минздравом СССР.

5.3, 5.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

5.5. Химическая лаборатория должна иметь общую приточно-вытяжную вентиляцию по ГОСТ 12.4.021.

5.6. Все электроустановки и электроаппаратура, используемые при производстве анализов, должны соответствовать правилам устройства электроустановок, утвержденным Госэнергонадзором, и ГОСТ 12.2.007.0.

Условия электробезопасности на рабочих местах должны соответствовать ГОСТ 12.1.019, правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей и правилам техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденным Госэнергонадзором.

5.7. Для предотвращения загрязнения сточных вод и воздушного бассейна токсичными веществами утилизация, обезвреживание и уничтожение отходов от производства анализов производятся в соответствии с санитарными правилами, утвержденными Минздравом СССР.

5.5—5.7. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.8. Все работы по проведению анализов необходимо выполнять в сухой исправной спецодежде и предохранительных приспособлениях (хлопчатобумажный халат по ГОСТ 12.4.132, резиновые перчатки по ГОСТ 3, защитные очки по ГОСТ 12.4.013*, респираторы по ГОСТ 12.4.041) согласно типовым отраслевым нормам бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений рабочим и служащим предприятий цветной металлургии.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.9. Средства защиты и спецодежду следует использовать согласно правилам выдачи, хранения и использования спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений по ГОСТ 12.4.011.

5.10. Лица, занятые анализом кадмия, должны обеспечиваться молоком или заменяющими его пищевыми продуктами согласно правилам бесплатной выдачи молока или других равноценных продуктов рабочим и служащим, занятым в производствах, цехах, на участках и других подразделениях с вредными условиями труда.

5.11. Организация обучения работающих требованиям безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

Требования к профессиональному отбору и проверке знаний работающих — по ГОСТ 12.3.002.

5.9—5.11. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.12. Лабораторные помещения должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.4.013—97.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 05.04.74 № 810

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3—88	5.8
ГОСТ 12.0.004—90	5.11
ГОСТ 12.1.004—91	5.12
ГОСТ 12.1.005—88	5.3
ГОСТ 12.1.007—76	5.1
ГОСТ 12.1.019—79	5.6
ГОСТ 12.2.007.0—75	5.6
ГОСТ 12.3.002—75	5.11
ГОСТ 12.4.009—83	5.12
ГОСТ 12.4.011—89	5.9
ГОСТ 12.4.013—85	5.8
ГОСТ 12.4.021—75	5.5
ГОСТ 12.4.041—2001	5.8
ГОСТ 12.4.132—83	5.8
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 199—78	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4165—78	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4658—73	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 8864—71	2
ГОСТ 12072.0—79	1.1
ГОСТ 14262—78	2
ГОСТ 20288—74	2
ГОСТ 22860—93	1.3

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

5. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в марте 1984 г., марте 1989 г. (ИУС 6—84, 6—89)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 1467—93	Кадмий. Технические условия	3
ГОСТ 24231—80	Цветные металлы и сплавы. Общие требования к отбору и подготовке проб для химического анализа	10
ГОСТ 25086—87	Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа	15
ГОСТ 12072.0—79	Кадмий. Общие требования к методам анализа	19
ГОСТ 12072.1—79	Кадмий. Методы определения таллия	23
ГОСТ 12072.2—79	Кадмий. Методы определения железа	28
ГОСТ 12072.3—79	Кадмий. Методы определения цинка	33
ГОСТ 12072.4—79	Кадмий. Методы определения меди	38
ГОСТ 12072.5—79	Кадмий. Метод определения мышьяка	43
ГОСТ 12072.6—79	Кадмий. Методы определения сурьмы	46
ГОСТ 12072.7—79	Кадмий. Методы определения олова	52
ГОСТ 12072.8—79	Кадмий. Методы определения никеля	56
ГОСТ 12072.10—79	Кадмий. Методы определения свинца	60
ГОСТ 17262.1—78	Кадмий. Метод спектрального определения меди, никеля, свинца и таллия	65
ГОСТ 17262.3—78	Кадмий. Метод спектрального определения мышьяка, сурьмы и олова	70
ГОСТ 17262.4—78	Кадмий. Метод спектрографического определения цинка и железа	72
ГОСТ 22860—93	Кадмий высокой чистоты. Технические условия	76
ГОСТ 23116.0—83	Кадмий высокой чистоты. Общие требования к методам спектрального анализа	82
ГОСТ 23116.1—78	Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения алюминия, висмута, железа, индия, кобальта, меди, марганца, мышьяка, никеля, олова, свинца, сурьмы и серебра	85
ГОСТ 23116.2—78	Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения ртути	92
ГОСТ 23116.3—78	Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения железа, меди, никеля, олова и свинца	95
ГОСТ 23116.4—78	Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения цинка	98
ГОСТ 23116.5—78	Кадмий высокой чистоты. Химико-спектральный метод определения таллия	101
ГОСТ 19674—74	Кадмий высокой чистоты. Метод определения содержания ртути	104

КАДМИЙ

Технические условия
Методы анализа

БЗ 10—2001

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 25.09.2002. Подписано в печать 04.11.2002. Формат 60 × 84 $^{1}/_{8}$.
Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 12,56. Уч.-изд.л. 10,50.
Тираж 300 экз. Зак. 2721. Изд. № 2950/2. С 8261.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru