

ГОСТ 6262-79

Группа Л51

## МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

### РЕАКТИВЫ

### КАДМИЙ АЗОТНОКИСЛЫЙ 4-ВОДНЫЙ

### ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

### REAGENTS. CADMIUM NITRATE, 4-AQUEOUS. SPECIFICATIONS

МКС 71.040.30  
ОКП 26 2321 0020 00

Дата введения 1980-07-01

### ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В.Грязнов, Т.Г.Манова, И.Л.Ротенберг, З.М.Ривина, Г.И.Федотова, Л.В.Кидиярова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.04.79 N 1422

3. ВЗАМЕН ГОСТ 6262-74

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83-79	4.9.1
ГОСТ 84-76	4.9.1
ГОСТ 1770-74	4.3.1; 4.6.1; 4.11.1; 4.12.1
ГОСТ 3118-77	4.4; 4.6.1
ГОСТ 3773-72	4.9.1
ГОСТ 3885-73	3.1; 4.1; 5.1
ГОСТ 4160-74	4.9.1
ГОСТ 4212-76	4.6.1; 4.9.1; 4.11.1
ГОСТ 4328-77	4.6.1
ГОСТ 4517-87	4.6.1; 4.12.1
ГОСТ 5457-75	4.11.1
ГОСТ 6709-72	4.3.1; 4.6.1; 4.9.1; 4.11.1
ГОСТ 9147-80	4.4; 4.9.1
ГОСТ 10398-76	4.2
ГОСТ 10485-75	4.8
ГОСТ 10555-75	4.7
ГОСТ 10671.4-74	4.6.1

ГОСТ 10671.5-74	4.4
ГОСТ 10671.7-74	4.5
ГОСТ 19433-88	5.1
ГОСТ 19627-74	4.9.1
ГОСТ 22001-87	4.10
ГОСТ 25336-82	4.3.1; 4.6.1; 4.12.1
ГОСТ 25664-83	4.9.1
ГОСТ 25794.1-83	4.6.1
ГОСТ 27025-86	4.1а
ГОСТ 27068-86	4.9.1
ТУ 6-09-5313-87	4.9.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу N 4-93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4-94)

6. ИЗДАНИЕ (январь 2004 г.) с Изменениями N 1, 2, утвержденными в сентябре 1984 г., ноябре 1989 г. (ИУС 12-84, 2-90)

Настоящий стандарт распространяется на 4-водный азотнокислый кадмий, представляющий собой бесцветные кристаллы, хорошо растворимые в воде и этиловом спирте.

Формула:  $Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) - 308,47.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 4-водный азотнокислый кадмий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 4-водный азотнокислый кадмий должен соответствовать нормам, указанным в табл.1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 2321 0023 08	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3221 0022 09	Чистый (ч.) ОКП 26 2321 0021 10
1. Массовая доля 4-водного азотнокислого кадмия $[Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O]$ , %, не менее	99,5	99,0	99,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,003	0,005
3. Массовая доля сульфатов ( $SO_4$ ), %, не более	0,002	0,003	0,003
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,0005	0,001

5. Массовая доля аммиака ( $\text{NH}_3$ ), %, не более	0,005	Не нормируется	Не нормируется
6. Массовая доля железа ( $\text{Fe}$ ), %, не более	0,0001	0,0001	0,0005
7. Массовая доля мышьяка ( $\text{As}$ ), %, не более	0,0001	0,0001	0,0002
8. (Исключен, Изм. N 2).			
9. Массовая доля меди ( $\text{Cu}$ ), %, не более	0,001	0,001	0,002
10. Массовая доля свинца ( $\text{Pb}$ ), %, не более	0,001	0,002	0,005
11. (Исключен, Изм. N 2).			
12. Массовая доля цинка ( $\text{Zn}$ ), %, не более	0,001	0,002	0,002
13. Массовая доля натрия, калия, кальция, магния ( $\text{Na} + \text{K} + \text{Ca} + \text{Mg}$ ), %, не более	0,02	0,02	0,05
14. pH раствора препарата с массовой долей 5%	4-5	Не нормируется	Не нормируется

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

## 2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Кадмий азотнокислый 4-водный - политропный яд.

Накапливается в организме.

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны 0,05/0,01 мг/м<sup>3</sup> (числитель - максимальная, знаменатель - среднесменная), класс опасности 1.

Предельно допустимая концентрация в воде культурно-питьевого пользования - 0,001 мг/дм<sup>3</sup> (по кадмию), класс опасности 2. Лимитируемый показатель вредности - санитарно-токсикологический.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, резиновые перчатки, защитные очки, спецодежду, фартук), а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускать попадания препарата внутрь организма.

2.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией, а места наибольшего пыления - укрытиями с местной вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

2.4. При работе не допускается контакт 4-водного азотнокислого кадмия с легковоспламеняющимися жидкостями.

2.5. При проведении анализа препарата с использованием горючего газа следует соблюдать правила противопожарной безопасности.

## 3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885.

3.2. Массовые доли цинка, мышьяка, натрия, калия, кальция и магния ( $Na + K + Ca + Mg$ ) изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

#### 4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению анализа - по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы типа ВЛР-200 и ВЛКТ-500 г-М или ВЛЭ-200 г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 290 г.

4.1а, 4.1. (Измененная редакция, Изм. N 2).

4.2. Определение массовой доли 4-водного азотнокислого кадмия проводят по ГОСТ 10398. При этом около 0,5000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, растворяют при перемешивании в 100 см<sup>3</sup> воды и далее определение проводят комплексометрическим методом.

Для установления коэффициента поправки раствора ди- $Na$ -ЭДТА концентрации с (ди- $Na$ -ЭДТА) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup> (0,05 М) допускается использовать кадмий марки Кд0 или Кд0А; масса навески кадмия для приготовления 1 дм<sup>3</sup> раствора кадмия концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup> - 5,6200 г.

Массовую долю 4-водного азотнокислого кадмия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,01542 \cdot 100}{m},$$

где  $V$  - объем раствора ди- $Na$ -ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,01542 - масса 4-водного азотнокислого кадмия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора ди- $Na$ -ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, г;

$m$  - масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,5\%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

4.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.3.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стакан В (Н)-1-400 по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий типа ТФ класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (З)-250 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

#### 4.3.2. Проведение анализа

50,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 200 см<sup>3</sup> горячей воды и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы (результат взвешивания тигля в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), остаток на фильтре промывают 100 см<sup>3</sup> горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105-110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата химически чистый - 1,5 мг,

для препарата чистый для анализа - 1,5 мг,

для препарата чистый - 2,5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 40\%$  для препарата химически чистый и чистый для анализа и  $\pm 25\%$  для препарата чистый при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

4.4. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 2,50 г препарата помещают в выпарительную чашку 3 (ГОСТ 9147), растворяют в 10 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты (ГОСТ 3118) и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток растворяют в 46 см<sup>3</sup> воды. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", промытый горячей водой.

Полученный раствор помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 3).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 1 ч опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно

с анализируемым и содержащего в таком же объеме: для препарата химически чистый - 0,05 мг SO<sub>4</sub>; для препарата чистый для анализа - 0,075 мг SO<sub>4</sub>; для препарата чистый - 0,075 мг SO<sub>4</sub>, 1 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и 3 см<sup>3</sup> раствора хлористого бария.

В результат анализа вносят поправку на массовую долю сульфатов в применяемом объеме соляной кислоты, определяемую контрольным опытом.

4.5. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в 30 см<sup>3</sup> воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим способом (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:

для препарата химически чистый - 0,01 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,01 мг,

для препарата чистый - 0,02 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

4.3.2-4.5. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

4.6. Определение массовой доли аммиака

4.6.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации  $c(\text{HCl}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., раствор с массовой долей 20%.

Раствор, содержащий  $\text{NH}_3$ ; готовят по ГОСТ 4212.

Реактив Несслера; готовят по ГОСТ 4517.

Прибор для отделения аммиака дистилляцией по ГОСТ 10671.4.

Колба К-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1 (2) и 5 см<sup>3</sup>.

Цилиндры 1 (3)-50 и 2 (4)-50 по ГОСТ 1770.

4.6.2. *Проведение анализа*

0,50 г препарата помещают в круглодонную колбу, опускают несколько керамических неглазурованных колечек, растворяют в 43 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 7 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, быстро перемешивают и сразу присоединяют к холодильнику. Отгоняют 25 см<sup>3</sup> жидкости в цилиндр с пришлифованной пробкой, содержащий 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и 15 см<sup>3</sup> воды. К полученному раствору прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают, добавляют 1 см<sup>3</sup> реактива Несслера и снова тщательно перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым таким же образом и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый - 0,025 мг  $\text{NH}_3$ , 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия и 1 см<sup>3</sup> реактива Несслера.

4.7. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555. При этом 5,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом, прибавляя 10 см<sup>3</sup> раствора аммиака.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата химически чистый - 0,005 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,005 мг,

для препарата чистый - 0,025 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

В результат анализа вносят поправку на массу железа в 5 см<sup>3</sup> раствора аммиака, определяемую контрольным опытом.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение заканчивают фотометрически.

4.8. Определение массовой доли мышьяка проводят по ГОСТ 10485. При этом 1,00 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка, прибавляют 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и выпаривают сначала на водяной, а затем на песчаной бане до выделения паров серной кислоты. Раствор охлаждают, прибавляют 30 см<sup>3</sup> воды и далее определение проводят в сернокислой среде, не прибавляя раствор серной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромнортутной бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумаги от раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый - 0,001 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,001 мг,

для препарата чистый - 0,002 мг

и соответствующие количества реактивов.

4.6.1-4.8. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

4.9. Определение массовой доли магния, меди и свинца

(Измененная редакция, Изм. N 2).

4.9.1. *Приборы, реактивы и растворы*

Спектрограф ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем.

Спектропроектор ПС-18.

Генератор дуги переменного тока ДГ-1 или ДГ-2.

Микрофотометр МФ-2 или МФ-4.

Лампа инфракрасная мощностью 500 Вт.

Угли графитированные для спектрального анализа ос.ч. (электроды угольные) диаметром 6 мм, верхний электрод заточен на конус, нижний заточен в виде цилиндра с внешним диаметром 4 мм и высотой 10 мм, с цилиндрическим каналом диаметром 2 мм и глубиной 5 мм.

Фотопластинки спектральные типа I чувствительностью 6 отн.ед.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Кадмий оксид марки ос.ч. 11-3, не содержащий примесей магния, меди и свинца, или с минимальным их содержанием, определяемым методом добавок и учитываемым при приготовлении образцов сравнения.

Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664.

Натрий сульфат 7-водный по ТУ 6-09-5313\*.

\* ТУ являются авторской разработкой. За информацией о документе Вы можете обратиться в Службу поддержки пользователей. - Примечание изготовителя базы данных.

Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068.

Натрий углекислый по ГОСТ 83 или натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84.

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом: 2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г 7-водного сульфата натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют (раствор А).

16 г углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют (раствор Б).

Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах.

Растворы, содержащие медь (Cu), магний (Mg) и свинец (Pb); готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением получают раствор массовой концентрации Cu, Mg, Pb - 0,1 мг/см<sup>3</sup>.

Фиксаж быстросействующий, готовят следующим образом: 500 г 5-водного серноватистоокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 дм<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

Пипетки вместимостью 1 и 5 см<sup>3</sup>.

Чашки выпарительные 2 и 3 по ГОСТ 9147.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

#### 4.9.2. Подготовка к анализу

##### 4.9.2.1. Приготовление анализируемой пробы

2,00 г препарата помещают в выпарительную чашку вместимостью 50 см<sup>3</sup>, подсушивают под инфракрасной лампой, затем прокалывают в муфельной печи при 500 °С до перевода в оксид кадмия, охлаждают, растирают в ступке из органического стекла в течение 10 мин. Подготовленную пробу плотно набивают в кратер графитового электрода.

##### 4.9.2.2. Приготовление образцов для построения градуировочного графика

Для приготовления каждого образца 8,32 г особо чистого оксида кадмия (соответствуют 20 г препарата) помещают в выпарительную чашку вместимостью 100 см<sup>3</sup> и прибавляют указанные в табл.2 массы магния, меди и свинца (в виде растворов массовой концентрации Mg, Cu, Pb - 1 мг/см<sup>3</sup> и 0,1 мг/см<sup>3</sup>).

Таблица 2

Номер	Масса примеси в образце, мг	Массовая доля примеси в образце в
-------	-----------------------------	-----------------------------------



образца	пересчете на препарат, %					
	Mg	Cu	Pb	Mg	Cu	Pb
1	0,1	0,1	0,1	0,0005	0,0005	0,0005
2	0,2	0,2	0,2	0,001	0,001	0,001
3	0,4	0,4	0,4	0,002	0,002	0,002
4	1,0	0,6	1,0	0,005	0,003	0,005

Содержимое чашки подсушивают под инфракрасной лампой, затем прокаливают в муфельной печи при 500 °С в течение 15 мин, охлаждают, растирают в ступке из органического стекла в течение 3 ч. Каждый образец плотно набивают в кратер графитового электрода.

4.9.2.1, 4.9.2.2. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

#### 4.9.2.3. Условия фотометрирования

Анализ проводят при условиях, указанных ниже:

Сила тока	8 А
Ширина щели	0,015 мм
Высота промежуточной диафрагмы на средней линзе конденсаторной системы	3,2 мм
Экспозиция	30 с

Анализ проводят в дуге переменного тока. Перед съемкой спектрограммы угольные электроды обжигают в течение 40 с при силе тока 8 А и снимают спектрограмму для контроля на отсутствие в электродах определяемых элементов.

При этом в спектре не должно быть линий, нм: Pb - 283,31; Mg - 279,55; Cu - 327,396.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

#### 4.9.3. Проведение анализа

Электроды с анализируемой пробой и образцами для построения градуировочного графика подсушивают под инфракрасной лампой в течение 20 мин, зажигают дугу и снимают спектрограмму. Спектры анализируемой пробы и образцов снимают на одной пластинке не менее трех раз, ставя каждый раз новую пару электродов. Щель открывают до зажигания дуги.

#### 4.9.4. Обработка результатов

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют, снова промывают и высушивают на воздухе. Затем, пользуясь логарифмической шкалой по соответствующей ступени ослабителя, проводят фотометрирование аналитических спектральных линий определяемых элементов и соседнего фона (нм): Pb - 283,31; Mg - 279,55; Cu - 327,396.

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений ( $\Delta S$ ) по формуле

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

где  $S_{л+ф}$  - почернение линии и фона;

$S_{\Phi}$  - почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение  $\Delta S''$  для каждого элемента. По значениям образцов для построения градуировочного графика для каждого определяемого элемента строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс логарифм концентраций, а на оси ординат - разности почернений  $\Delta S''$ .

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 30%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 20\%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

(Измененная редакция, Изм. N 2).

4.10. Определение массовой доли цинка проводят по ГОСТ 22001.

4.11. Определение массовой доли натрия, калия и кальция

4.11.1. *Приборы, оборудование, реактивы и растворы*

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем, или спектрофотометр "Сатурн" в эмиссионном режиме.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Горелка газовая.

Распылитель.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная.

Кадмий азотнокислый 4-водный, не содержащий примесей натрия, калия, кальция или с минимальными их массовыми долями, определяемыми методом добавок в условиях данной методики и учитываемыми при приготовлении растворов сравнения.

Растворы, содержащие натрий (Na), калий (K), кальций (Ca); готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят растворы Na, K и Ca массовой концентрации  $0,1 \text{ мг/см}^3$ .

Все исходные растворы и растворы сравнения, а также воду, применяемую для их приготовления, необходимо хранить в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

Колба 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 5 и  $10 \text{ см}^3$ .

Цилиндр 1 (3)-50 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

4.11.2. *Подготовка к анализу*

4.11.2.1. *Приготовление анализируемых растворов*

5,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

4.11.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

В три мерные колбы помещают по 5,00 г 4-водного азотнокислого кадмия, не содержащего определяемых примесей, растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды и добавляют указанные в табл.3 массы натрия, калия и кальция (в виде раствора Na, K, Ca массовой концентрации 0,1 мг/см<sup>3</sup>).

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Масса каждого элемента ( Na K Ca ), введенного в 100 см <sup>3</sup> раствора сравнения, мг			Массовая доля каждого элемента в растворе сравнения в пересчете на препарат, %		
	Na	K	Ca	Na	K	Ca
1	0,15	0,15	0,25	0,003	0,003	0,005
2	0,25	0,25	0,40	0,005	0,005	0,008
3	0,75	0,75	0,75	0,015	0,015	0,015

Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают.

4.11.2.1, 4.11.2.2. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

4.11.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Анализ проводят в пламени ацетилен-воздух, используя аналитические линии, нм: Na - 588,99-589,59; K - 766,49-769,89; Ca - 422,67.

После подготовки прибора проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания содержания определяемых примесей. После этого проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с раствора с максимальным содержанием примесей и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения определяемых элементов для каждого раствора. После каждого измерения распыляют воду.

4.11.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значение интенсивности излучения, а на оси абсцисс - массовую долю определяемого элемента в пересчете на препарат.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 10\%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

#### 4.12. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5%

(Измененная редакция, Изм. N 2).

##### 4.12.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Стакан В (Н)-2-100 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (З)-100 по ГОСТ 1770.

##### 4.12.2. Проведение анализа

2,50 г препарата помещают в стакан, растворяют в 47,5 см<sup>3</sup> воды и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности  $\pm 0,05$  pH.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 единицы pH.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,1$  единицы pH.

4.12.1, 4.12.2. (Введены дополнительно, Изм. N 2).

## 5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 2-1, 2-4.

Группа фасовки: III, IV, V.

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 6, подкласс 6.1, классификационный шифр 6162).

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

5.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

## 6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие 4-водного азотнокислого кадмия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения - три года со дня изготовления.

6.1, 6.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

Электронный текст документа  
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:  
официальное издание  
М.: ИПК Издательство стандартов, 2004