

РЕАКТИВЫ

**КАДМИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 10—2000

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

Редактор *Л.И. Нахимова*  
Технический редактор *О.Н. Власова*  
Корректор *В.Е. Нестерова*  
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000.

Подписано в печать 17.02.2004.  
Тираж 70 экз.

Усл. печ. л. 0,93.  
Зах. 91.

Уч.-изд. л. 0,72.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.  
<http://www.standards.ru> e-mail: [info@standards.ru](mailto:info@standards.ru)  
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

## МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

## Реактивы

## КАДМИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ

ГОСТ  
6261—78

## Технические условия

Reagents. Cadmium carbonate.  
SpecificationsВзамен  
ГОСТ 6261—70МКС 71.040.30  
ОКП 26 2321 0400 03

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 ноября 1978 г. № 3074 дата введения установлена

01.01.80

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

Настоящий стандарт распространяется на реактив — углекислый кадмий, который представляет собой мелкие кристаллы белого цвета; нерастворим в воде; растворим в кислотах.

Формула:  $\text{CdCO}_3$ .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 172,41.

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Углекислый кадмий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По химическим показателям углекислый кадмий должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2321 0401 01	Чистый (ч.) ОКП 26 2321 0402 02
1. Массовая доля углекислого кадмия ( $\text{CdCO}_3$ ), %, не менее	99,0	98,0
2. Массовая доля нерастворимых в соляной кислоте веществ, %, не более	0,01	0,02
3. Массовая доля азота (N) из нитратов, нитритов и аммиака, %, не более	0,1	0,1
4. Массовая доля сульфатов ( $\text{SO}_4$ ), %, не более	0,005	0,01
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,005	0,01
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,002	0,005
7. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,002	0,004
8. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,005	0,01
9. Массовая доля суммы калия, натрия, кальция, магния (K+Na+Ca+Mg), %, не более	0,1	0,2
10. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,005	0,005

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

Издание (декабрь 2003 г.) с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1984 г. (ИУС 7—84).

© Издательство стандартов, 1979  
© ИПК Издательство стандартов, 2004

## 2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Соединения кадмия относятся к высокоопасным веществам (2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007—76). Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны производственных помещений (в пересчете на окись кадмия) составляет 0,1 мг/м<sup>3</sup>. При увеличении концентрации может вызывать острые и хронические отравления с поражением жизненно важных органов и систем. Препарат прижигающе действует на кожу, возможно всасывание.

2.2. При работе с препаратом необходимо пользоваться индивидуальными средствами защиты (респираторы «Лепесток», «Астра-2», защитные очки, резиновые перчатки и передники), соблюдать правила личной гигиены и не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу.

2.3. Должна быть обеспечена максимальная герметизация технологического оборудования.

2.4. Помещения, в которых проводят работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией, а места наибольшего пыления — укрытиями с местной вытяжной вентиляцией.

Анализ препарата необходимо проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

Препарат не огнеопасен и не взрывоопасен.

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

## 3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

## 4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 235 г.

4.2. Определение массовой доли углекислого кадмия

Определение проводят по ГОСТ 10398—76. При этом 0,26—0,3 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, смачивают 3 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 1 см<sup>3</sup> 25 %-ного раствора соляной кислоты и перемешивают до растворения препарата. Затем объем раствора доводят водой до 100 см<sup>3</sup> и снова перемешивают. Далее определение проводят комплексометрическим методом.

Масса углекислого кадмия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора трилона Б концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup> (0,05 М), — 0,00862 г.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. Определение массовой доли нерастворимых в соляной кислоте веществ

4.3.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 25 %-ный раствор.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336—82 типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

4.3.2. *Проведение анализа*

20 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, смачивают 10—15 см<sup>3</sup> воды и осторожно прибавляют 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают раствор в течение 1 ч на кипящей водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г, 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 чистый для анализа — 2 мг;

для препарата чистый — 4 мг.

4.3.1, 4.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.4. Определение массовой доли азота из нитратов, нитритов и аммиака

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74. При этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, смачивают 2 см<sup>3</sup> воды,

прибавляют 2 см<sup>3</sup> 25 %-ного раствора соляной кислоты, перемешивают до растворения препарата, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

5 см<sup>3</sup> полученного раствора (соответствуют 0,05 г препарата) помещают в круглодонную колбу, прибавляют воду и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг;

для препарата чистый — 0,05 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли азота анализ проводят фотометрическим методом.

#### 4.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в колориметрический стаканчик, смачивают 3 см<sup>3</sup> воды, осторожно прибавляют 3 см<sup>3</sup> 10 %-ного раствора соляной кислоты и перемешивают до растворения препарата. Затем объем раствора доводят водой до 26 см<sup>3</sup>, снова перемешивают и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом, прибавляя 3 см<sup>3</sup> раствора крахмала или 5 см<sup>3</sup> этилового спирта (ГОСТ 18300—87, высший сорт) и не прибавляя раствор соляной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг;

для препарата чистый — 0,05 мг.

Допускается проводить определение из навески массой 1 г, прибавляя в растворы сравнения по 0,5 г препарата.

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

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

#### 4.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, смачивают 3 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 4 см<sup>3</sup> 25 %-ного раствора азотной кислоты и перемешивают до растворения препарата. Затем объем раствора доводят до 42 см<sup>3</sup> и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом, не прибавляя в анализируемый раствор азотной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг;

для препарата чистый — 0,050 мг.

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

#### 4.7. Определение массовой доли примеси железа, меди, свинца и магния

##### 4.7.1. Приборы, оборудование, реактивы и растворы

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

Генератор дуги переменного тока типа ДГ-2.

Микрофотометр типа МФ-2.

Выпрямитель типа ВУ-2М.

Спектропроектор типа ДСП-1.

Фотопластинки спектральные типа ЭС светочувствительностью 8 отн. ед.

Угли графитированные ос. ч. 7—3 (электроды угольные) диаметром 6 мм. Верхний электрод должен быть заточен на конус, нижний электрод (анод) — иметь кратер диаметром 4 мм, глубиной 3 мм.

Кадмия окись ос. ч. П—2, не содержащая определяемых примесей. При наличии примесей их определяют методом добавок в условиях данной методики и учитывают при построении градуировочных графиков.

Растворы, содержащие Fe, Cu, Pb, Mg; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением и смешением готовят растворы с концентрацией по 0,01 и 0,1 мг/см<sup>3</sup>.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по НД.

Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664—83.

Гидрохинон (парадиоксбензол) по ГОСТ 19627—74.

Натрий сернистокислый 7-водный по ТУ 6—09—1457—87.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79 или

Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом:

раствор А — 2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г сернистокислового натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;

раствор Б — 16 г безводного 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.

Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах.

Фиксаж быстрodeйствующий; готовят следующим образом: 500 г серноватистокислового натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 см<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

#### 4.7.2. Подготовка к анализу

##### 4.7.2.1. Приготовление анализируемой пробы

1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в фарфоровую чашку вместимостью 50 см<sup>3</sup>, прокалывают в муфельной печи при 600—700 °С в течение 30 мин, охлаждают и тщательно растирают.

##### 4.7.2.2. Приготовление образцов для построения градуировочных графиков

Для приготовления каждого образца 3,73 г окиси кадмия (соответствуют 5 г препарата) взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в фарфоровую чашку вместимостью 50 см<sup>3</sup> и прибавляют указанные в табл. 2 количества Fe, Cu, Pb и Mg (в виде растворов, содержащих 0,01, 0,1 и 1 мг/см<sup>3</sup>), перемешивают, сушат, прокалывают в муфельной печи при 600 °С в течение 15 мин и растирают в течение 3 ч (до получения однородной массы).

Таблица 2

Номер образца	Масса примеси в образце, мг				Массовая доля примеси в пересчете на препарат, %			
	Fe	Cu	Pb	Mg	Fe	Cu	Pb	Mg
1	0,05	0,005	0,05	0,1	0,001	0,0001	0,001	0,002
2	0,15	0,025	0,25	0,25	0,003	0,0005	0,005	0,005
3	0,25	0,05	0,5	0,5	0,005	0,001	0,01	0,01
4	—	0,1	2,5	1,5	—	0,002	0,05	0,03

#### 4.7.3. Проведение анализа

Анализ проводят в дуге постоянного тока при следующих условиях:

Сила тока, А	10
Напряжение, В	220
Ширина щели, мм	0,015
Высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм	5
Экспозиция, с	20

Перед каждой съемкой угольные электроды обжигают при силе тока 10 А в течение 15 с и снимают спектрограмму для контроля на отсутствие в электродах определяемых примесей.

После обжига электродов и их охлаждения в канал нижнего электрода помещают анализируемую пробу или образец для построения градуировочного графика в количестве, определяемом объемом канала, зажигают дугу и снимают спектрограмму.

Спектры анализируемой пробы и образцов снимают на одной фотопластинке не менее трех раз.

4.7.4. *Обработка результатов*

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают на воздухе. Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий определяемых примесей и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой.

Аналитические линии, нм:

Fe — 302,0;

Cu — 324,75;

Pb — 283,30;

Mg — 279,55.

Для каждой аналитической линии вычисляют разность почернений  $\Delta S$  по формуле

$$\Delta S = S_{x+\phi} - S_{\phi},$$

где  $S_{x+\phi}$  — почернение линии примеси + фона;

$S_{\phi}$  — почернение фона.

По трем значениям  $\Delta S$  находят среднее арифметическое значение  $\Delta S'$  для каждого определяемого элемента.

По значениям  $\Delta S'$  для каждого определяемого элемента строят градуировочные графики, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций, а на оси ординат — средние арифметические значения разности почернений  $\Delta S'$ .

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 20 % относительно вычисляемой концентрации.

4.8. *Определение массовой доли калия, натрия и кальция*4.8.1. *Приборы, реактивы и растворы*

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа типа ИСП-51 (или универсального монохроматора типа УМ-2) с фотоэлектрической приставкой типа ФЭП-1.

Фотоумножители типов ФЭУ-22 (для определения натрия и калия) и ФЭУ-17 (для определения кальция).

Горелка.

Распылитель.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух для питания приборов по НД.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная.

Кадмий азотнокислый 4-водный по ГОСТ 6262—79, не содержащий определяемых примесей или с минимальным их содержанием, определяемым методом добавок в условиях данной методики и учитываемым при построении градуировочных графиков.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х.ч., 25 %-ный раствор.

Растворы, содержащие К, Na и Ca (раствор А); готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением получают раствор, содержащий по 0,1 мг/см<sup>3</sup> К, Na и Ca (раствор Б).

Все растворы, а также воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.8.2. *Подготовка к анализу*4.8.2.1. *Приготовление анализируемого раствора*

2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, растворяют, выпаривают почти досуха на водяной бане, охлаждают, осадок растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды и переносят количественно в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

4.8.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

В три мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая помещают по 3,58 г азотнокислого кадмия (соответствуют 2 г препарата), взвешенных с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 30 см<sup>3</sup> воды и добавляют указанные в табл. 3 объемы растворов А и Б.

Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.



Номер раствора	Объем раствора, см <sup>3</sup>		Введено в раствор сравнения в виде добавок, мг/100 см <sup>3</sup>			Массовая доля примеси в пересчете на препарат, %		
	А	Б	К	Са	Na	К	Са	Na
1	—	1	0,1	0,1	0,1	0,005	0,005	0,005
2	—	3	0,3	0,3	0,3	0,015	0,015	0,015
3	1	—	1,0	1,0	1,0	0,05	0,05	0,05

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 4.8.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий Na 589,0—589,6 нм, К 766,5 нм, Са 422,7 нм, возникающих в спектре пламени ацетилен-воздух при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения.

После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания содержания определяемых примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примесей, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании воды.

После каждого замера распыляют воду.

#### 4.8.4. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излучения на оси ординат, массовую долю примеси в пересчете на препарат — на оси абсцисс.

Содержание каждой примеси в препарате находят по графику.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если суммарное содержание примесей К, Na, Са и Mg (определяемое по п. 4.7.1) не будет превышать допустимых норм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 15 % относительно вычисляемой концентрации.

4.9. Определение массовой доли цинка проводят атомно-абсорбционным методом по ГОСТ 22001—87.

## 5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид и тип тары: 2—1, 2—4, 2—9, 11—1, 11—6.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

На этикетке должна быть надпись: «Токсичен».

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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 препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления.

6.1, 6.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).