

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КАДМИЙ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Метод определения содержания ртути

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

**ГОСТ
19674—74**

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 $\bar{C}_2 - \bar{C}_1$, где \bar{C}_1 и \bar{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 $c(\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 0,2$ моль/дм³; готовят следующим образом: 27,2 г уксуснокислого натрия растворяют в 200—300 см³ воды и разбавляют до 1 дм³ дистиллированной водой.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Метиловый оранжевый, 0,1 %-ный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,2$ моль/дм³; готовят следующим образом: 11,5 см³ ледяной уксусной кислоты разбавляют до 1 дм³ водой.

Ацетатный буферный раствор, рН 4; готовят следующим образом: к 800 см³ раствора уксусной кислоты $0,2$ моль/дм³ прибавляют 200 см³ раствора уксуснокислого натрия $0,2$ моль/дм³.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

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

Аммиак по ГОСТ 3760.

Медь серноокислая по ГОСТ 4165.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Диэтилдитиокарбаминат меди; готовят следующим образом: 40 мг серноокислой меди, растворенной в 50 см³ воды, помещают в делительную воронку. Подщелачивают аммиаком до образования аммиачного комплекса меди, приливают 4,5 см³ 1 %-ного раствора диэтилдитиокарбамината натрия и экстрагируют порциями по 20—25 см³ четыреххлористого углерода до получения бесцветного экстракта. Органический слой собирают в другую делительную воронку и промывают 2—3 раза водой объемом по 20—30 см³. Отмытый раствор диэтилдитиокарбамината меди разбавляют в мерной колбе вместимостью 500 см³ 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 см³ азотной кислоты. Нагревают раствор до удаления оксидов азота, разбавляют водой до 50 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Затем доводят объем в мерной колбе водой до метки и перемешивают.

Разбавлением водой готовят раствор, содержащий 1 мкг ртути в 1 см³. 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 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, добавляя ее небольшими порциями. Затем приливают 5 см³ 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 см³ воды для растворения выпавших солей, 0,2 г хлористого натрия и фильтруют (при необходимости) раствор в делительную воронку. Затем нейтрализуют до рН 4 насыщенным раствором уксуснокислого натрия по метиловому оранжевому, разбавляют до 50 см³ ацетатным буферным раствором, имеющим рН около 4 и прибавляют 2 см³ 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 см³ помещают 2; 4; 6; 8 и 10 см³ стандартного раствора ртути, содержащего 1 мкг ртути в 1 см³. Разбавляют ацетатным буферным раствором до 10—20 см³.

Содержимое колб последовательно переносят в делительную воронку. Колбы обмывают водой и разбавляют до 50 см³ тем же ацетатным буферным раствором, затем приливают 2 см³ 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/м³.

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.