

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

КАДМИЙ

Общие требования к методам анализа

ГОСТ
12072.0—79Cadmium. General requirements
for methods of analysis

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.12.80

1. Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам анализа кадмия. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 914—78.
- 1а. Общие требования к методам анализа кадмия — по ГОСТ 25086. **(Введен дополнительно, Изм. № 3).**
2. Пробу для анализа отбирают по ГОСТ 24231 и ГОСТ 1467. Измельченную пробу перед анализом обрабатывают магнитом. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**
3. Примеси определяют параллельно по трем навескам с одновременным проведением трех контрольных опытов для внесения в результаты определения соответствующей поправки на загрязнение реактивов.
4. За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов трех параллельных определений.
Абсолютные допускаемые расхождения наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должны превышать значений, указанных в соответствующих таблицах стандартов. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**
5. **(Исключен, Изм. № 3).**
6. Все применяемые реактивы должны иметь степень чистоты не ниже х. ч. При определении массовых долей примесей порядка 0,0002 % реактивы должны быть дополнительно очищены от элементов примесей.
- 7, 8. **(Исключены, Изм. № 2).**
9. При определении массовых долей цинка в кадмии от 0,002 % и ниже применяют посуду из кварцевого стекла. При определении других элементов допускается применение термостойкой посуды из пирекса.
- 10, 11. **(Исключены, Изм. № 2).**
12. **(Исключен, Изм. № 3).**
13. Выражение «горячий раствор (или вода)» означает, что жидкость имеет температуру 75—80 °С; «теплый раствор (или вода)» — температуру 35—40 °С; «холодный раствор (или вода)» — температуру 13—14 °С; «охлаждают раствор» означает, что температуру раствора снижают до комнатной температуры; «теплое место» означает рабочую площадь шкафа с температурой 75—80 °С.
- 14, 15. **(Исключены, Изм. № 3).**
16. При атомно-абсорбционном методе анализа в зависимости от модели прибора используют один из двух способов измерения величины поглощения. На спектрофотометрах, имеющих режим работы «концентрация», работают или в этом режиме, выводя график в нужном интервале концентраций и получая результаты на табло прибора в мкг/см³, или в режиме «поглощение», измеряя растворы для построения градуировочных графиков непосредственно до и после измерения раство-

ров анализируемых проб. На спектрофотометрах, не имеющих режима работы «концентрация», работают в режиме «поглощение».

17. При атомно-абсорбционном методе анализа количество и интервал концентраций градуировочных растворов, а следовательно, и степень разбавления анализируемых растворов зависят от используемой аппаратуры.

18. При атомно-абсорбционном анализе масса навески пробы зависит от чувствительности приборов. Допускается использование навески массой 1—5 г при переведении ее на объем 100 см³. При использовании навески пробы массой больше 2,5 г необходимо уравнивать основу градуировочных растворов с основой проб, т. е. в этом случае основой градуировочных растворов будет являться раствор кадмия соответствующей концентрации.

19. Диапазон измерений ограничен концентрациями в крайних растворах, используемых для построения градуировочного графика.

16—19. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

20. Контроль правильности результатов анализа проб проводят по ГОСТ 25086 путем их сопоставления с результатами анализа тех же проб, полученных по другой методике, включенной в стандарт на метод анализа, по стандартным образцам состава свинца или методом добавок.

Контроль правильности результатов анализа осуществляют не реже одного раза в месяц, а также при замене реактивов, растворов и аппаратуры, после длительных перерывов в работе и других изменениях, влияющих на результаты анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

21. Химические анализы должны выполняться в соответствии с нормативно-технической документацией по безопасному ведению работ в химической лаборатории, утвержденной в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

22. Подготовка проб к анализу должна проводиться в вытяжных шкафах или боксах. Скорость воздуха, поступающего при включенной вытяжке из шкафа и открытых рабочих створках, должна быть в расчетном проеме шкафа не менее 1,2 м/с.

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

23. При проведении анализа кадмия используются реактивы, оказывающие вредное воздействие на организм человека: кислоты (азотная, бромистоводородная, соляная, серная), аммиак, ацетон, бром, аммоний ванадиевокислый мета, гидразин солянокислый, гидразин сернокислый, диэтиловый эфир, диизопропиловый эфир, кадмий, медь, оксид мышьяка (III), аммоний роданистый, натрия гидроксид, никель, ртуть, свинец, свинец уксуснокислый, спирт этиловый, сурьма, таллий, толуол, трихлорэтилен, углерод четыреххлористый, хлороформ. При работе с названными веществами необходимо соблюдать требования безопасности по нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

Кадмий и его неорганические соединения токсичны, относятся к веществам I класса опасности. ПДК кадмия и его неорганических соединений в воздухе рабочей зоны максимальная разовая — 0,05 мг/м³, среднесменная — 0,01 мг/м³.

Кадмий металлический пожаровзрывобезопасен.

22, 23. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

24. Выполнение анализов с использованием ртути должно проводиться в соответствии с санитарными правилами проектирования, эксплуатации и содержания производственных лабораторных помещений, предназначенных для проведения работ со ртутью, ее соединениями и приборами с ртутным заполнением, утвержденными Минздравом СССР.

25. При работе с легковоспламеняющимися органическими веществами (диэтиловый эфир, ацетон, этанол) следует руководствоваться требованиями ГОСТ 12.1.004.

26. При использовании сжатых, сжиженных и растворенных газов в процессе анализа требуется соблюдать правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Госгортехнадзором СССР.

27. Для предотвращения попадания в воздух рабочей зоны вредных веществ, выделяющихся при распылении анализируемых растворов в пламя и вредно действующих на организм работающего, в количествах, превышающих предельно допустимые концентрации, горелка атомно-абсорбционного спектрофотометра должна находиться внутри вытяжного устройства, оборудованного защитным экраном в соответствии с ГОСТ 12.1.019.