



+

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КАДМИЙ ОСОБОЙ ЧИСТОТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ РТУТИ

ГОСТ 19674—74

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР

Москва

РАЗРАБОТАН Всесоюзным научно-исследовательским горнометаллургическим институтом цветных металлов (ВНИИЦВЕТМЕТ)

Зам. директора **Сычев А. П.**

Зав. отделом стандартизации **Хан О. Н.**

Руководители темы: **Зеленская Л. И., Крейнс Р. З., Красильникова Л. Н.**

ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

Член Коллегии **Снурников А. П.**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор **Гличев А. В.**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 5 апреля 1974 г. № 810

КАДМИЙ ОСОБОЙ ЧИСТОТЫ
Метод определения содержания ртутиCadmium of special purity. Method for the determination
of mercury content**ГОСТ**
19674—74**Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 5 апреля 1974 г. № 810 срок действия установлен****с 01.01. 1975 г.**
до 01.01. 1980 г.**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

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

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.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 12072.0—71.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Пробирки стеклянные из бесцветного стекла ХУ-1 по ГОСТ 9111—59 с плоским дном и пробками на шлифах типа А № 14,5, диаметром 10—12 мм, длиной 150 мм.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—69, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67, разбавленная 1:1.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—68, насыщенный раствор и 0,2 н. раствор; готовят следующим образом: 27,2 г уксусно-

кислого натрия растворяют в 200—300 мл воды и разбавляют до 1 л дистиллированной водой.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—66, х. ч.

Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64, 0,1%-ный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—69, 0,2 н. раствор; готовят следующим образом: 11,5 мл ледяной уксусной кислоты разбавляют до 1 л водой.

Ацетатный буферный раствор, рН 4; готовят следующим образом: к 800 мл 0,2 н. раствора уксусной кислоты прибавляют 200 мл 0,2 н. раствора уксуснокислого натрия.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 5827—68.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, 1%-ный водный раствор.

Аммиак по ГОСТ 3760—64.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—68.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Диэтилдитиокарбаминат меди; готовят следующим образом: 40 мг сернокислой меди, растворенной в 50 мл воды, помещают в делительную воронку. Подщелачивают аммиаком до образования аммиачного комплекса меди, приливают 4,5 мл 1%-ного раствора диэтилдитиокарбамината натрия и экстрагируют порциями по 20—25 мл четыреххлористого углерода до получения бесцветного экстракта. Органический слой собирают в другую делительную воронку и промывают 2—3 раза водой объемом по 20—30 мл. Отмытый раствор диэтилдитиокарбамината меди разбавляют в мерной колбе вместимостью 500 мл 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—49.

Стандартные растворы ртути; готовят следующим образом: взвешивают каплю металлической ртути (0,1—0,2 г) и растворяют ее при слабом нагревании (не кипятить) в 10 мл азотной кислоты. Нагревают раствор до удаления окислов азота, разбавляют водой до 50 мл и переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл. Затем доводят объем в мерной колбе водой до метки и перемешивают.

Разбавлением водой готовят раствор, содержащий 1 мкг ртути в 1 мл. Разбавленный раствор готовят в день применения.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску 5 г кадмия марки Кд 000 растворяют при слабом нагревании в 20 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1, добавляя ее небольшими порциями. Затем приливают 5 мл 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 мл 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 мл ацетатным буферным раствором, имеющим рН около 4 и прибавляют 2 мл 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.

3.2. Приготовление шкалы стандартных растворов.

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

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

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Содержание 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.

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между крайними результатами которых не должны превышать 0,00004 абс., %.

Наименование стандарта. Заменить слово: «особый» на «высокий»; special» на «high».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения и слова: мл на см³, «кадмий особой чистоты» на «кадмий высокой чистоты».

Вводная часть. Первый абзац. Заменить значения: «от $2 \cdot 10^{-4}$ до $4 \cdot 10^{-5}$ %» на «от $4 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-4}$ %».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 12072.0—71 на ГОСТ 12072.0—79.

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «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 среднее арифметическое трех параллельных определений.

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

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Пробирки стеклянные из бесцветного стекла с плоским дном и пробками на шлифах, диаметром 10—12 мм, длиной 150 мм»;

заменить ссылки: ГОСТ 14262—69 на ГОСТ 14262—78, ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 199—68 на ГОСТ 199—78, ГОСТ 4233—66 на ГОСТ 4233—77, ГОСТ 61—69 на ГОСТ 61—75, ГОСТ 5827—68 на ГОСТ 20288—74, ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79, ГОСТ 4165—68 на ГОСТ 4165—78, ГОСТ 4658—49 на ГОСТ 4658—73;

четвертый абзац. Заменить слова: «0,2 н. раствор» на «раствор $c(\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 0,2$ моль/дм³»;

седьмой абзац. Заменить слова: «0,2 н. раствор» на «раствор $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,2$ моль/дм³»;

восьмой абзац. Заменить слова: «0,2 н. раствора уксусной кислоты» на «раствора уксусной кислоты 0,2 моль/дм³»; «0,2 н. раствора уксуснокислого натрия» на «раствора уксуснокислого натрия 0,2 моль/дм³»;

Стандарт дополнить разделом — 5:

«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—76.

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.

5.3. Воздух рабочей зоны в производственных помещениях по ГОСТ 12.1.005—76.

5.4. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует осуществлять по ГОСТ 12.1.016—79 и ГОСТ 12.1.007—76.

5.5. Химическая лаборатория должна иметь общую приточно-вытяжную вентиляцию по ГОСТ 12.4.021—75.

5.6. Все электроустановки и электроаппаратура, используемые при производстве анализов, должны соответствовать правилам устройства электроустановок, утвержденным Госэнергонадзором, и ГОСТ 12.2.007.0—75.

Условия электробезопасности на рабочих местах должны соответствовать ГОСТ 12.1.019—79, правилам технической эксплуатации электроустановок пот-

ребителей 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.

5.8. Все работы по проведению анализов необходимо выполнять в сухой исправной спецодежде и предохранительных приспособлениях (хлопчатобумажный халат по ГОСТ 11622—73, резиновые перчатки по ГОСТ 3—75, защитные очки по ГОСТ 12.4.003—80, респираторы по ГОСТ 12.4.041—78) согласно типовым отраслевым нормам бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений рабочим и служащим предприятий цветной металлургии.

5.9. Средства защиты и спецодежду следует использовать согласно правилам выдачи, хранения и использования спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений по ГОСТ 12.4.011—75.

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—79.

Требования к профессиональному отбору и проверке знаний работающих — по ГОСТ 12.3.002—75.

5.12. Лабораторные помещения и их оборудование должны соответствовать типовым правилам пожарной безопасности для промышленных предприятий, утвержденным ГУПО МВД СССР, и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—75».

Изменение № 2 ГОСТ 19674—74 Кадмий высокой чистоты. Метод определения содержания ртути

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.03.89 № 491

Дата введения 01.01.90

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.3: «1.3. Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 22860—77».

Раздел 2. Исключить ссылку: ГОСТ 10816—64;

шестнадцатый абзац. Заменить значения: (0,1—0,2 г) на (0,1000—0,2000 г).

Пункт 3.1. Заменить значение: 5 г на 5,000 г.

Раздел 4. Наименование изложить в новой редакции: «4. **Обработка результатов**».

Пункт 4.1. Первый абзац. Заменить слово: «Содержание» на «Массовую долю»;

дополнить абзацем: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «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 %».

Пункт 5.1 дополнить абзацами: «Кадмий и его неорганические соединения токсичны, относятся к веществам 1-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007—76. Это 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».

Пункты 5.3, 5.4 изложить в новой редакции: «5.3. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны — по ГОСТ 12.1.005—88.

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

Пункт 5.8. Заменить ссылки: ГОСТ 12.4.003—80 на ГОСТ 12.4.013—85, ГОСТ 11622—73 на ГОСТ 12.4.132—83.

Пункт 5.12 изложить в новой редакции: «5.12. Лабораторные помещения должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—85 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83».

(ИУС № 6 1989 г.)

Редактор *В. В. Чекменева*
Технический редактор *Н. С. Матвеева*
Корректор *В. Ф. Малютина*

Сдано в набор 24. 04. 74 Подп. в печ. 14. 06. 74 0,5 п. л. Тир. 8000

Издательство стандартов, Москва, Д-22, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 743