

Управление  
по стандартизации  
при  
Совете Министров  
Союза ССР

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 6262—52

Реактивы  
КАДМИЙ АЗОТНОКИСЛЫЙ

Группа Л51

Азотнокислый кадмий представляет собой белые гигроскопические кристаллы, легко растворимые в воде.

Формула:  $Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ .

Молекулярный вес (по международным атомным весам 1949 г.) — 308,49.

## I. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

- Содержание азотнокислого кадмия  $(Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O)$ : для препарата «чистый для анализа» . . . не менее 99%
- » » «чистый» . . . . . » » 98,5%
- Наибольшие количества допустимых примесей в %:

Названия примесей	«Чистый для анализа»	«Чистый»
а) Нерастворимые в воде вещества	0,003	0,01
б) Хлориды (Cl)	0,0005	0,001
в) Сульфаты ( $SO_4$ )	0,003	0,003
г) Железо (Fe)	0,0001	0,0005
д) Щелочные и щелочно-земельные металлы (в виде сульфатов)	0,1	0,2
е) Цинк (Zn)	0,002	0,005
ж) Свинец, медь	Должен выдерживать испытания по п. 11	

## II. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И ОТБОР ПРОБ

- Приемку и отбор проб производят по ГОСТ 3885—50. Общий вес отобранный средней пробы должен быть не менее 0,5 кг.

## III. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

- Определение содержания азотнокислого кадмия  $(Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O)$

а) Применяемые реактивы и растворы:

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, раствор 1 : 1.  
Вода дистиллированная.

Внесен Министерством  
химической  
промышленности

Утвержден Управлением  
по стандартизации  
5/VI 1952 г.

Срок введения  
1/IX 1952 г.

б) *Описание определения*

Около 1 г препарата взвешивают с точностью до 0,0002 г, помещают во взвешенный фарфоровый тигель, прибавляют 2 мл раствора серной кислоты и выпаривают на водяной бане, затем нагревают на песчаной бане до удаления паров серной кислоты и прокаливают в воздушной бане (фарфоровый тигель с асбестовым кольцом) до постоянного веса.

Содержание азотнокислого кадмия в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{\left( G_1 - \frac{G \cdot G_2}{100} \right) \cdot 1,4797 \cdot 100}{G},$$

где:

$G_1$  — вес прокаленного остатка сернокислого кадмия в г;  
 $G_2$  — процентное содержание щелочных и щелочно-земельных металлов, определенное по п. 9;

$G$  — навеска испытуемого препарата в г;  
1,4797 — коэффициент пересчета веса сернокислого кадмия на вес  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ .

5. Определение содержания нерастворимых в воде веществ. 50 г препарата взвешивают с точностью до 0,01 г, растворяют в 200 мл воды и, накрыв стакан часовым стеклом, нагревают раствор на водяной бане в течение одного часа. Затем раствор фильтруют через стеклянный фильтрующий тигель № 4, остаток на фильтре промывают 100 мл горячей воды и сушат при температуре 105—110°C до постоянного веса.

Препарат считают соответствующим стандарту, если вес высшенного остатка будет не более:

для препарата «чистый для анализа» . . . . .	1,5	мг
»       »       «чистый» . . . . .	5,0	»

## 6. Определение содержания хлоридов (Cl)

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Кислота азотная по ГОСТ 4461—48, раствор уд. в. 1,15.  
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 0,1 н раствор.  
Вода дистиллированная.

Раствор, содержащий Cl<sup>-</sup>, готовят по ГОСТ 4212—48.

б) *Описание определения*

2 г препарата взвешивают с точностью до 0,01 г, растворяют в 30 мл воды в конической колбе емкостью 50 мл, прибавляют 1 мл раствора азотной кислоты и 1 мл раствора азотнокислого серебра. Препарата считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 15 мин. опалесценция будет не интенсивнее опалесценции эталонного раствора, содержащего в том же объеме

для препарата «чистый для анализа» . . . 0,01 мг Cl  
 » » «чистый» . . . . . 0,02 » Cl,

1 мл раствора азотной кислоты и 1 мл раствора азотнокислого серебра.

7. Определение содержания сульфатов ( $\text{SO}_4$ ).а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, «ч. д. а.», уд. в. 1,1885 и раствор уд. в. 1,12.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—48, 10%-ный раствор.

Раствор, содержащий  $\text{SO}_4^2-$ , готовят по ГОСТ 4212—48.

Вода дистиллированная.

б) *Описание определения*

15 г препарата взвешивают с точностью до 0,01 г, помещают в чашку, приливают 15 мл соляной кислоты, уд. в. 1,1885, и выпаривают досуха на водяной бане, в конце выпаривания остаток растирают стеклянной палочкой. Затем остаток смачивают 1 мл раствора соляной кислоты, уд. в. 1,12, растворяют в 100 мл воды и, если раствор окажется мутным, фильтруют. Раствор нагревают до кипения и прибавляют 2 мл раствора хлористого бария. Через 18—20 час. выпавший осадок отфильтровывают на стеклянный фильтрующий тигель № 4, промывают водой до исчезновения реакции на  $\text{Cl}^-$  и высушивают при температуре 140—150°C до постоянного веса.

Препарата считают соответствующим стандарту, если вес высшенного осадка будет не более 1 мг.

Коэффициент пересчета веса  $\text{BaSO}_4$  на вес  $\text{SO}_4$  — 0,4115.

Приложение. Необходимо ставить контрольный опыт на содержание сульфатов в применяемом количестве соляной кислоты.

## 8. Определение содержания железа (Fe)

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—51, 10%-ный водный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.

Вода дистиллированная.

Раствор, содержащий  $\text{Fe}^{++}$ , готовят по ГОСТ 4212—48.

**б) Описание определения**

2 г препарата взвешивают с точностью до 0,01 г, помещают в коническую колбу емкостью 50 мл, растворяют в 5 мл воды, прибавляют 2 мл раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют 10 мл водного раствора аммиака и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюданное окрашивание испытуемого раствора будет не интенсивнее окрашивания эталонного раствора, приготовленного следующим образом.

К 5 мл воды, содержащим

для препарата «чистый для анализа» . . . 0,002 мг Fe  
»      »      «чистый» . . . . . 0,010 » Fe,

прибавляют 2 мл раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют 10 мл раствора аммиака и снова перемешивают.

**9. Определение щелочных и щелочно-земельных металлов (в виде сульфатов)**

*а) Применяемые реактивы и растворы:*

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, уд. в. 1,835 и раствор уд. в. 1,11.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 10%-ный раствор.

Паранитрофенол, 0,2%-ный водный раствор.

Аммоний сернистый, раствор, не содержащий углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—48.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, раствор уд. в. 1,12.

Вода сероводородная, готовят по ГОСТ 4517—48.

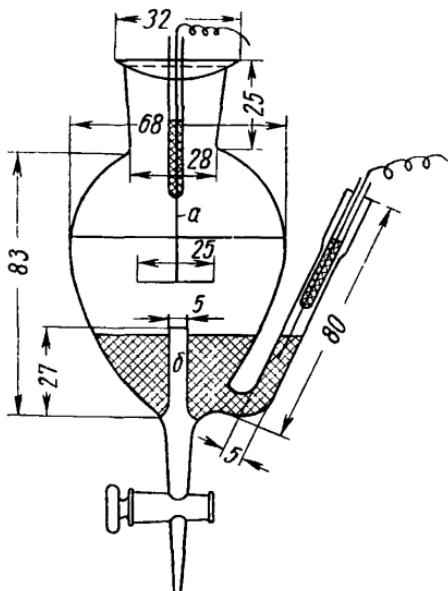
Вода дистиллированная.

**б) Описание определения**

Определение щелочных и щелочно-земельных металлов производят в растворе препарата после выделения из него кадмия электролизом со ртутным катодом.

Прибор для электролиза представляет собой сосуд (см. чертеж) емкостью около 200 мл. Катодом является ртуть, которую наливают на 2 мм ниже верхнего конца трубы б. Катод соединяется с источником тока при помощи платиновой проволоки длиной 10—12 см, диаметром 1 мм, опущенной в

боковой тубус. Анодом является платиновая проволока длиной 30 см, диаметром 1 мм, свернутая в виде плоской спирали *а*. Расстояние между катодом и анодом должно быть 10—15 мм.



Ток поступает из сети переменного тока через селеновый выпрямитель (ВСА-10) и регулируется лабораторным автотрансформатором (ЛАТР-2). Определение производят следующим образом: 1 г препарата взвешивают с точностью до 0,01 г, растворяют в 50 мл воды, прибавляют 0,1 мл серной кислоты, уд. в. 1,835, нагревают до температуры 70—80°C и раствор переводят в сосуд для электролиза. Электролиз ведут (под тягой) при 4—4,5 *а* и 10—11 *в*. Общая продолжительность электролиза 20—25 мин. Полноту выделения кадмия определяют капельной реакцией с сероводородной водой на фильтровальной бумаге. (В случае попадания раствора в трубку *б* электролиз ведут как обычно 10—15 мин., после чего сливают через кран 5—10 мл раствора и снова наливают его в сосуд. Эту операцию повторяют 3 раза с пятиминутным перерывом.) Общая продолжительность электролиза 20—25 мин.

По окончании электролиза раствор сливают через кран, не прерывая тока, в то же время прибавляя в сосуд воду для

промывки до тех пор, пока стрелка амперметра не остановится на нуле. Раствор вместе с промывными водами нейтрализуют раствором аммиака до слабощелочной реакции по паранитрофенолу и прибавляют 0,5 мл раствора сернистого аммония, выдерживают 1,5 часа на водяной бане, после чего фильтруют через двойной плотный фильтр, к фильтрату прибавляют 2 мл раствора серной кислоты, уд. в. 1,11, и выпаривают на водяной бане досуха, а затем нагревают сначала на песочной бане, а потом на сетке до удаления аммонийных солей и паров серной кислоты. К сухому остатку прибавляют 0,5 мл раствора соляной кислоты и дважды обрабатывают горячей водой, по 15 мл каждый раз, фильтруя раствор во взвешенную платиновую чашку, фильтрат выпаривают и остаток прокаливают при слабом красном калении до постоянного веса.

Препарат считают соответствующим стандарту, если вес прокаленного остатка будет не более:

для препарата «чистый для анализа» . . . . .	1 мг
»        «чистый» . . . . .	2 »

Примечание. Ртуть в сосуде для электролиза необходимо менять после 10—15 определений. Очистку ртути производят следующим образом: ртуть сушат фильтровальной бумагой и фильтруют через бумажный фильтр с проколотым в углу отверстием. Затем ртуть помещают в банку, закрытую пробкой с двумя трубками, одна из которых доходит до дна, заливают 5%-ным раствором азотнокислой заскисной ртути, подкисленным несколькими каплями азотной кислоты, и продувают при помощи водоструйного насоса воздух в течение 6—8 час.

Затем ртуть пропускают 3 раза через колонку длиной 70 см, наполненную тем же раствором, и два раза через дистиллированную воду. Колонка на всем протяжении своей поверхности имеет вмятины наподобие елочного дефлэгматора и внизу оканчивается сифонообразной трубкой. Для окончательной очистки ртуть после повторной сушки перегоняют в вакууме. Все работы со ртутью производятся только под тягой с соблюдением всех правил, предусмотренных инструкцией по технике безопасности.

## 10. Определение содержания цинка (Zn)

### а) Применяемые реактивы и растворы:

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 0,5 н раствор.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—48.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962—51.

Метиловый фиолетовый, 0,05%-ный водный раствор.

Кислота винная по ГОСТ 5817—51, 25%-ный раствор.

Аммоний роданистый по ГОСТ 3768—47, 10%-ный раствор.

Вода дистиллированная.

Раствор, содержащий Zn<sup>++</sup>, готовят по ГОСТ 4212—48.

б) *Описание определения*

0,5 г препарата взвешивают с точностью до 0,01 г, прибавляют 0,3 г сернокислого натрия, смесь растворяют в 3 мл воды, затем при помешивании прибавляют 30 мл этилового спирта и перемешивают до тех пор, пока выпавший осадок не перестанет увеличиваться. Через 10—15 мин. осадок отфильтровывают, промывают на фильтре два раза по 5 мл спирта и фильтрат выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток растворяют в воде, переносят в мерную колбу емкостью 50 мл и доводят объем раствора водой до метки. 5 мл полученного раствора (соответствует 0,05 г препарата) помещают в пробирку емкостью 20—25 мл, прибавляют 2,5 мл раствора соляной кислоты, 0,5 мл раствора метилового фиолетового, 0,5 мл раствора винной кислоты и 1 мл раствора роданистого аммония. После прибавления каждого раствора содержимое пробирки тщательно перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемое окрашивание испытуемого раствора будет не интенсивнее окрашивания эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым следующим образом.

К 5 мл раствора, содержащим

для препарата «чистый для анализа» . . . . .	0,001 мг Zn
»       »       «чистый» . . . . .	0,0025 » Zn,

прибавляют 2,5 мл раствора соляной кислоты, 0,5 мл раствора метилового фиолетового, 0,5 мл раствора винной кислоты и 1 мл раствора роданистого аммония. После прибавления каждого раствора содержимое пробирки тщательно перемешивают.

П р и м е ч а н и е. Ввиду малой устойчивости окраски определение можно делать одновременно не более чем в трех образцах.

## 11. Испытание на примесь свинца и меди

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный раствор.  
Вода дистиллированная.

б) *Описание испытания*

5 г препарата взвешивают с точностью до 0,01 г, растворяют в 10 мл воды в конической колбе емкостью 50 мл, если нужно, фильтруют и прибавляют 20 мл раствора аммиака.

Препарат считают соответствующим стандарту, если при рассматривании испытуемого раствора в проходящем свете на

белом фоне не будет голубого оттенка, а при рассматривании на черном фоне не будет опалесценции. Для сравнения применяют фильтрованный раствор 5 г препарата в 10 мл воды.

#### IV. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

12. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—50. Вид упаковки: Б-1. Вес нетто: 0,1; 0,25; 0,5 кг.