МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАДМИЙ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Метод спектрографического определения цинка

ГОСТ 23116.4—78

Cadmium high purity.
Method of spectrographic determination of zinc

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.79

Настоящий стандарт устанавливает спектрографический метод определения цинка (при массовой доле цинка от $1 \cdot 10^{-5}$ % до $5 \cdot 10^{-3}$ %) в кадмии высокой чистоты.

В основу спектрографического определения цинка положен метод «трех эталонов» с испарением цинка из кратера угольного электрода в дуге постоянного тока.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 23116.0.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии типа ИСП-28 с двухлинзовой системой освещения щели. Используют кварцевую линзу F-75, которую устанавливают от источника света на расстоянии 100 мм и от щели — 316 мм.

Генератор активизированной дуги переменного тока.

Источник постоянного тока.

Спектропроектор типа ПС-18.

Микрофотометр, предназначенный для измерения почернений спектральных линий (комплектная установка).

Весы торсионные типа ВТ с погрешностью взвешивания не более 0,001 г.

Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919, покрытая кварцевой пластинкой.

Электроды угольные ос. ч., диаметром 6 мм, с размером кратера 4 × 4 мм и контрэлектроды длиной 30—50 мм, один конец заточен на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5 мм.

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463 или полученный из угольных электродов особой чистоты.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дважды перегнанная в кварцевом аппарате или очищенная на ионизационной колонке.

Фотопластинки спектрографические типа Ш или УФШ.

Чашки кварцевые по ГОСТ 19908.

Ступка из органического стекла.

Кадмий марки Кд0000 по ГОСТ 22860.

Печь муфельная с регулятором температуры до 600 °С.

Оксид висмута по ГОСТ 10216.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147.

Образцы сравнения. Основой для приготовления образцов служит оксид кадмия с содержанием цинка менее $1 \cdot 10^{-5}$ %. Готовят основу следующим образом: кусочек металлического кадмия выдерживают в растворе аммиака до удаления оксидной пленки, промывают дважды дистиллированной водой, переносят в кварцевую чашку и растворяют в крепкой азотной кислоте. Полученный раствор выпаривают досуха, и сухой остаток прокаливают вначале на электроплитке, а затем в муфельной печи при 500 °С до прекращения выделения оксидов азота (30—40 мин). Основной образец, содержащий 1 % цинка (в расчете на кадмий металлический), готовят введением расчетного количества оксида цинка в основу. Методом последовательного разбавления каждого вновь приготовленного образца основой готовят серию образцов сравнения.

Приготовленные таким образом образцы сравнения имеют следующие массовые доли цинка в процентах: $1 \cdot 10^{-5}$; $2{,}5 \cdot 10^{-5}$; $5 \cdot 10^{-5}$; $1 \cdot 10^{-4}$; $2{,}5 \cdot 10^{-4}$; $5 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-3}$; $2{,}5 \cdot 10^{-3}$; $5 \cdot 10^{-3}$.

Буферная смесь; готовят из порошкового графита с добавлением 5 % оксида висмута.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Пробу металлического кадмия переводят в оксид, как описано в разд. 2.

Источником возбуждения спектров служит дуга постоянного тока силой 8 А между вертикально поставленными угольными электродами. Пробы и образцы сравнения, предварительно смешанные с буферной смесью в соотношении 7:1, по 50 мг помещают: в углубление угольного электрода (анода) диаметром и глубиной 4 мм. Электроды предварительно обжигают в дуге постоянного тока силой 10 А в течение 10 с. Спектры дуги фотографируют при помощи кварцевого спектрографа с двухлинзовой системой освещения щели. Ширина щели спектрографа 0,020 мм, расстояние между электродами от 2,5 до 3 мм. Время экспонирования 1 мин. Спектры фотографируют по три раза на одной и той же пластинке.

Разд. 3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернение аналитической линии цинка Zn I 213,86 нм и линии сравнения висмута 213,36 нм. Градуировочные графики строят в координатах ΔS — lg C, где $\Delta S = S_{\text{а}} - S_{\text{ср}}$, C — концентрация цинка в образцах сравнения.

По градуировочным графикам находят содержание цинка в пробе.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений (каждое определение из трех спектрограмм).

Разность двух результатов параллельных определений с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения ($d_{\text{п}}$), вычисленного по формуле

$$d_{\text{п}} = 0{,}3\,\bar{x},$$

где $\bar{x}$ — среднеарифметическое двух сопоставимых результатов параллельных определений.

Разность двух результатов анализа одной и той же пробы с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения ($d_{\text{а}}$), вычисленного по формуле

$$d_{\text{а}} = 0{,}4\,\bar{y},$$

где $\bar{y}$ — среднеарифметическое двух сопоставимых результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16.05.78 № 1298**

3. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 10216—75	2
ГОСТ 11125—84	2
ГОСТ 14919—83	2
ГОСТ 19908—90	2
ГОСТ 22860—93	2
ГОСТ 23116.0—83	1.1
ГОСТ 23463—79	2
ГОСТ 24147—80	2

4. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**

5. **ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1983 г., декабре 1988 г. (ИУС 4—84, 3—89)**

gost.e-ecolog.ru