МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАДМИЙ

Метод спектрографического определения цинка и железа

ГОСТ 17262.4—78

Cadmium. Method of spectrografic for the determination of zinc and iron

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает спектрографический метод определения цинка и железа в кадмии в диапазоне массовых долей, %:

- цинк — от 0,0008 до 0,016;
- железо — от 0,0002 до 0,006.

Данный метод применяется в случае разногласий в оценке качества.

В основу спектрографического определения примесей положен метод «трех эталонов» с возбуждением спектра в дуговом режиме. Анализируемый металлический кадмий предварительно переводят в оксид.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Пробу на анализ отбирают в виде стружки или кусочка по ГОСТ 1467.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 с дифракционной решеткой 600 штрихов/мм и трехлинзовой системой освещения щели.

Генератор активизированной дуги переменного тока.

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

Спектропроектор типа ПС-18.

Электропечь муфельная.

Плитка электрическая.

Весы торсионные типа ВТ с погрешностью взвешивания не более 0,01 г.

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

Чашки кварцевые по ГОСТ 19908.

Колбы с градуированной горловиной по ГОСТ 1770.

Пипетки по ГОСТ 29227 вместимостью 1 и 2 $см^3$.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125.

Аммиак марки ОСЧ 17—4.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, перегнанная в кварцевом аппарате.

Электроды графитовые марки ОСЧ диаметром 6 мм с кратером размером 4 × 4 мм и сквозным поперечным отверстием диаметром 0,8 мм в нижней части кратера. Контрэлектрод — графитовый стержень, заточенный на усеченный конус.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

Пластинки фотографические спектрографические типов ПФС-02, ПФС-03, НТ-2СВ по действующей НД или другого типа, позволяющие получить требуемую чувствительность определяемых элементов.

Проявитель метолгидрохиноновый следующего состава:

метол по ГОСТ 25664 — (1,00 ± 0,01) г;

гидрохинон по ГОСТ 19627 — (5,00 ± 0,01) г;

сульфит натрия по ГОСТ 195 или ГОСТ 5644 — (26,0 ± 0,1) г;

натрий углекислый по ГОСТ 83 — (20,0 ± 0,1) г;

калий бромистый по ГОСТ 4160 — (1,00 ± 0,01) г;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — до 1000 $см^3$.

Время проявления фотопластинок (7 ± 1) мин при температуре 18—20 °С.

Примечание. Разрешается применять проявители другого состава.

Кадмий по ГОСТ 1467 с содержанием цинка менее $5 \cdot 10^{-4}$, железа менее $1 \cdot 10^{-4}$ %.

Цинк по ГОСТ 3640.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849.

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463.

Натрия хлорид марки ОСЧ-6—4.

Стандартный раствор А, содержащий 10 мг цинка в 1 $см^3$.

Стандартный раствор В, содержащий 3 мг железа в 1 $см^3$.

Образцы для построения градуировочного графика. Основой для приготовления образцов служит оксид кадмия, полученный путем растворения кадмия металлического с содержанием цинка менее $5 \cdot 10^{-4}$, железа менее $1 \cdot 10^{-4}$ % в концентрированной азотной кислоте и прокаливания осадка в муфельной печи при температуре ~ 500 °С. Головной образец, содержащий 0,16 % цинка и 0,06 % железа в расчете на кадмий металлический, готовят следующим образом. В кварцевую чашку вместимостью 50 $см^3$ помещают 5,7 г оксида кадмия и вводят по каплям 0,8 $см^3$ раствора А и 1 $см^3$ раствора В. Смесь выпаривают, высушивают на электроплитке и прокаливают в муфельной печи при t = 500 °С. Разбавлением головного образца основой в 10 раз получают первый градуировочный образец, последовательным разбавлением которого основой в два раза получают серию рабочих образцов с массовой долей, %:

- цинка — 0,016; 0,008; 0,004; 0,002; 0,0008;
- железа — 0,006; 0,002; 0,001; 0,0005; 0,0002.

Определение массовой доли цинка в кадмии марки Кд2С и железа в кадмии марок Кд2С и Кд2 проводят по ГОСТ 12072.2 и ГОСТ 12072.3.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 5—6 г промывают в растворе аммиака, ополаскивают водой и переносят в кварцевую чашку вместимостью 50 $см^3$ для растворения в азотной кислоте. Раствор выпаривают и высушивают под инфракрасной лампой или на электроплитке и затем прокаливают в муфельной печи при температуре 500 °С в течение 20—30 мин. От каждой пробы отбирают по две навески и проводят химическую подготовку описанным способом.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Подготовленные анализируемые пробы и градуировочные образцы смешивают в отношении 10:1 с буферным составом, состоящим из графитового порошка и 2 % хлористого натрия, и по 100 мг помещают в кратеры угольных электродов. Графитовые электроды предварительно обжигают в дуге постоянного или переменного тока силой 10 А в течение 15 с.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.3. Три спектра каждого из градуировочных образцов и шесть спектров пробы (по три из каждой навески) фотографируют на дифракционном спектрографе типа ДФС-8 в первом порядке в дуге постоянного тока силой 15 А, при ширине щели спектрографа 0,015 мм, используя фотопластинки. Время экспонирования 40 с.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернения следующих пар линий, нм:

- цинк 334,5 — кадмий 308,27;
- железо 302,0 — кадмий 308,27.

По измеренным почернениям строят градуировочные графики в координатах

$$\Delta S - \lg C,$$

где $\Delta S = S_л - S_{ср}$;

$S_л$ — почернение линии определяемого элемента;

$S_{ср}$ — почернение линии элемента сравнения (Кд 308,27 нм);

C — массовая доля определяемого элемента в градуировочных образцах.

При построении градуировочных графиков допускается использовать полулогарифмическую бумагу.

По градуировочным графикам находят содержание цинка или железа. За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, полученных на одной фотопластинке по трем спектрограммам каждое.

Примечание. При разногласии в оценке качества за окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов анализов, полученных на двух фотопластинках.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.2. Расхождение результатов двух параллельных определений с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должно превышать значения допускаемого расхождения $d_д$, рассчитанного по формуле

$$d_д = 0{,}22 \cdot \overline{X}_д ,$$

где $\overline{X}_д$ — среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

Расхождение результатов двух анализов с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должно превышать значения допускаемого расхождения, рассчитанного по формуле

$$D = 0{,}30 \cdot \overline{X}_a ,$$

где $\overline{X}_a$ — среднеарифметическое двух сопоставляемых результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют воспроизведением массовых долей железа и цинка в аттестованной смеси или сравнением с результатом анализа, полученным по ГОСТ 12072.2 и ГОСТ 12072.3.

Аттестованную смесь готовят введением рассчитанного количества растворов цинка и железа в рассчитанную навеску чистого по определяемым примесям оксида кадмия.

Прокаленную, тщательно перетертую и усредненную смесь после аттестации по расчету и утверждения в установленном порядке используют при проведении анализа.

Результаты анализа считают правильными, если воспроизведенная массовая доля компонента в аттестованной смеси отличается от его аттестованной характеристики в свидетельстве не более чем на половину значения $d_д$.

При контроле правильности независимым методом результаты анализа считают правильными при выполнении соотношения

$$\left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right| \leq 0{,}71 \sqrt{D_1^2 + D_2^2} ,$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ — массовая доля определяемого элемента в контрольной и контролируемой методиках анализа, %;

D_1 и D_2 — допускаемые расхождения двух результатов анализа в контрольной и контролируемой методиках анализа, %.

Контроль правильности результатов анализа необходимо проводить после длительных перерывов в работе, после ремонта оборудования, а также при замене реактивов и растворов.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.08.78 № 2364

Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8 от 12.10.95)

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 195—77	2	ГОСТ 11125—84	2
ГОСТ 83—79	2	ГОСТ 12072.2—79	2, 4.3
ГОСТ 1467—93	2	ГОСТ 12072.3—79	2, 4.3
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 19627—74	2
ГОСТ 3640—94	2	ГОСТ 19908—90	2
ГОСТ 5644—75	2	ГОСТ 23463—79	2
ГОСТ 6709—72	2	ГОСТ 25086—87	1.1
ГОСТ 4160—74	2	ГОСТ 25664—83	2
ГОСТ 9849—86	2	ГОСТ 29227—91	2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в марте 1984 г., июне 1989 г., январе 1999 г. (ИУС 6—84, 9—89, 4—99)

gost.e-ecolog.ru