МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАДМИЙ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Метод спектрографического определения ртути

ГОСТ 23116.2—78

Cadmium high purity.
Method of spectrographic determination of mercury

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.79

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

В основу спектрографического определения ртути в кадмии положен метод «трех эталонов» с испарением ртути 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 РАСТВОРЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии типа ИСП-30 или спектрограф дифракционный типа ДФС-8 или СТЭ-1 с трехлинзовой системой освещения щели.

Спектропроектор типа ПС-18.

Генератор дуги постоянного тока.

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.

Электроды угольные ос. ч. диаметром 6 мм, с размером кратера 4 × 15 мм и контрэлектроды длиной 30—50 мм, один конец заточен на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5 мм.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Литий хлористый.

Кадмий по ГОСТ 22860.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Тигли графитовые или графито-шамотные с крышками.

Напильники для заточки электродов по ГОСТ 1465.

Электропечь лабораторная, тигельная, позволяющая получать температуру до 500 °С.

Фотопластинки спектрографические типа I или II.

Образцы сравнения. Основой для приготовления образцов служит металлический кадмий с содержанием ртути менее $1 \cdot 10^{-5}$ %. Основной образец, содержащий 0,5 % ртути, готовят следующим образом. Рассчитанную навеску ртути заворачивают в кадмиевую пластинку так, чтобы ртуть оказалась внутри. В графитовом тигле, разогретом до температуры приблизительно 400 °С под флюсом, состоящем из хлористого калия и хлористого лития в соотношении 1:1, расплавляют навеску кадмия и в расплав погружают навеску ртути, завернутую в кадмиевую пластинку. Тщательно

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

перемешивают расплав и выливают в изложницу. Разбавлением основного образца кадмием в 100 раз получают первый образец сравнения. Затем методом последовательного разбавления каждого вновь полученного образца основой в 2—3 раза готовят серию рабочих образцов. Приготовленные образцы тщательно анализируют колориметрическим методом по ГОСТ 19674.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Определение ртути проводят на кварцевом спектрографе средней дисперсии с трехлинзовым конденсором. Ширина щели 0,020 мм. Массу навески пробы или образца сравнения (300 мг) в виде опилок помещают в отверстие нижнего угольного электрода глубиной 15 мм, диаметром 4 мм и тщательно уплотняют набивалкой из органического стекла. Между электродами зажигается дуга постоянного тока силой 8 А. Время экспонирования 2 мин, расстояние между электродами 2,5—3,0 мм.

Спектры проб и градуировочных образцов фотографируют по три раза на одной и той же фотопластинке.

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернение аналитической линии ртути Hg I 253,652 нм и близлежащего фона (справа от линии). По измеренным значениям $S_{л+ф}$ и $S_ф$, пользуясь характеристической кривой, определяют логарифмы интенсивности линии и фона $\lg (I_л + I_ф)$ и логарифм интенсивности фона $\lg I_ф$. Затем находят $I_л = (I_л + I_ф) - I_ф$. Градуировочные графики строят в координатах $\lg I$, $\lg C$, где C — концентрация ртути в градуировочных образцах. По градуировочным графикам находят содержание ртути в кадмии.

Для построения характеристической кривой фотопластинки одновременно с пробами и образцами сравнения фотографируют спектр железа через девятиступенчатый платиновый ослабитель.

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 ($d_п$), вычисленного по формуле

$$d_п = 0{,}3\,\bar{x},$$

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 ($d_д$), вычисленного по формуле

$$d_д = 0{,}4\,\bar{y},$$

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 1465—80	2
ГОСТ 4234—77	2
ГОСТ 4658—73	2
ГОСТ 19674—74	2
ГОСТ 22860—93	2
ГОСТ 23116.0—83	1.1

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