МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАДМИЙ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Метод спектрографического определения железа, меди, никеля, олова и свинца

ГОСТ 23116.3—78

Cadmium high purity. Method of spectrographic determination of iron, copper, nickel, tin and lead

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.79

Настоящий стандарт устанавливает спектрографический метод определения железа, меди, никеля, олова и свинца (при массовой доле этих элементов от $6 \cdot 10^{-5}$ % до $3 \cdot 10^{-3}$ % каждого) в кадмии высокой чистоты.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 дифракционный типа ДФС-8 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем (первый порядок).

Генератор активизированной дуги переменного тока.

Источник постоянного тока.

Спектропроектор типа ПС-18.

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

Печь муфельная с регулятором температуры до 600 °С.

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

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

Электроды угольные ос. ч., диаметром 6 мм, с размером кратера 4 × 8 мм и контрэлектроды длиной 30—50 мм, один конец заточен на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5 мм.

Боксы из органического стекла.

Лампа инфракрасная с лабораторным автотрансформатором типа РНО-250—2.

Колбы с градуированной горловиной по ГОСТ 12738.

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

Чашки кварцевые по ГОСТ 19908.

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

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

Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Кадмий марки Кд000 по ГОСТ 22860.

Растворы определяемых элементов, содержащие по 1 мг элемента в 1 $см^3$, полученные растворением соответствующих металлов или их солей в кислотах.

Образцы сравнения. Основой для приготовления образцов служит оксид кадмия, полученный путем растворения металлического кадмия марки Кд000 в концентрированной азотной кислоте и прокаливании осадка в муфельной печи при температуре приблизительно 500 °С. Основной образец, содержащий всех примесей по 0,01 %; готовят следующим образом. В кварцевую чашку вместимостью 50 $см^3$ помещают 5 г оксида кадмия и вводят по 0,5 $см^3$ растворов железа, меди, никеля, олова и свинца. Смесь перемешивают кварцевой палочкой, выпаривают под инфракрасной лампой и прокаливают на электроплитке. Образцы с меньшим содержанием примесей получают последовательным разбавлением каждого вновь полученного образца основой в три раза.

Фотопластинки спектрографические типа II размером 13 × 18 см.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Кусочек металлического кадмия массой 1,5—2,0 г выдерживают в растворе аммиака до полного растворения оксидной пленки, промывают дважды водой и переносят в кварцевую чашку вместимостью 50 $см^3$, в которой металл переводят в оксид методом, описанным в разд. 2. Полученный оксид кадмия черно-коричневого цвета и образцы сравнения смешивают с графитовым порошком в соотношении 10:1 и по 150 мг помещают в кратеры угольных электродов. Электроды предварительно обжигают в дуге переменного или постоянного тока силой 15 А в течение 10 с. Спектры фотографируют на дифракционном спектрографе типа ДФС-8 при ширине щели 0,025 мм на спектрографических фотопластинках типа II в дуге постоянного тока силой 15 А. Время экспозиции 90 с. Спектры фотографируют по три раза на одной и той же фотопластинке.

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернения аналитических линий определяемых элементов и фона справа или слева от них. Строят характеристическую кривую фотопластинки и по ней находят значения $\lg (I_л + I_ф)$ и $\lg I_ф$. Затем вычисляют $I_л = (I_л + I_ф) - I_ф$. Градуировочные графики строят в координатах $\lg I$, $\lg C$, где C — концентрация определяемого элемента в градуировочных образцах. По градуировочным графикам находят содержание примеси в оксиде кадмия.

Полученный результат анализа необходимо умножить на 1,14 для определения содержания примеси в металлическом кадмии.

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 ($d_а$), вычисленного по формуле

$$d_а = 0,4\,\bar{y},$$

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

Фотометрируют следующие аналитические линии (длины волн, нм):

железо — Fe I 302,06 или Fe I 248,33;

медь — Cu I 324,75 или Cu I 327,40;

никель — Ni I 305,08 или Ni I 341,48;

олово — Sn I 284,00;

свинец — Pb I 283,31.

(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 11125—84	2
ГОСТ 12738—77	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 19908—90	2
ГОСТ 22860—93	2
ГОСТ 23116.0—83	1.1
ГОСТ 23463—79	2
ГОСТ 24147—80	2
ГОСТ 29227—91	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