

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

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров
СССР от 16 мая 1978 г. № 1298 срок действия установлен

с 01.07.1979 г.

до 01.07.1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

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.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ РС 5255—75 в части определения железа, меди, никеля, олова и свинца.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22306—77.

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

Печь муфельная.

Весы лабораторные.

Весы торсионные типа ВТ.

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 приблизительно 1,5 мм.

Боксы из органического стекла.

Лампа инфракрасная с лабораторным автотрансформатором.

Колбы с градуированной горловиной по ГОСТ 1770—74.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1 и 2 мл.

Чашки кварцевые.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, дважды перегнанная в кварцевом аппарате или очищенная на ионизационной колонке.

Порошок угольный марки ОСЧ-7—4.

Аммиак марки ОСЧ-17—4.

Кислота азотная марки ОСЧ 19—4.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—72.

Кадмий марки Кд-000 по ГОСТ 22860—77.

Растворы определяемых элементов, содержащие по 1 мг элемента в 1 мл, полученные растворением соответствующих металлов или их солей в кислотах.

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

Фотопластинки спектрографические типа П размером 13×18 см по ГОСТ 10691.1—73.

Проявитель метолгидрохиноновый.

Фиксаж кислый. Время проявления фотопластинок 5 мин при температуре проявителя 18—20°C.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Кусочек металлического кадмия массой 1,5—2,0 г выдерживают в растворе аммиака до полного растворения окисной пленки,

промывают дважды водой и переносят в кварцевую чашку вместимостью 50 мл, в которой металл переводят в окись методом, описанным в разд. 2. Полученную окись кадмия черно-коричневого цвета и градуировочные образцы смешивают с угольным 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 П в дуге постоянного тока силой 15 А. Время экспозиции 90 с. Спектры фотографируют по три раза на одной и той же фотопластинке.

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 $\lg(I_{\text{л}} + I_{\text{ф}})$ и $\lg I_{\text{ф}}$. Затем вычисляют $I_{\text{л}} = (I_{\text{л}} + I_{\text{ф}}) - I_{\text{ф}}$. Градуировочные графики строят в координатах $\lg I$, $\lg C$, где C — концентрация определяемого элемента в градуировочных образцах. По градуировочным графикам находят содержание примеси в окиси кадмия.

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

Средняя квадратичная ошибка метода не превышает 10%.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений, полученных на двух фотопластинках.

Фотометрируют следующие аналитические линии (длины волн в 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.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений, рассчитанные при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должны превышать значений, указанных в таблице.

Определяемый элемент	Массовая доля определяемого элемента, %		Абсолютные допускаемые расхождения, %
Железо, медь, никель, олово, свинец	От $6 \cdot 10^{-5}$	до $1 \cdot 10^{-4}$	$1,7 \cdot 10^{-5}$
	Св. $1 \cdot 10^{-4}$	» $5 \cdot 10^{-4}$	$2,8 \cdot 10^{-5}$
	» $5 \cdot 10^{-4}$	» $1 \cdot 10^{-3}$	$1,4 \cdot 10^{-4}$
	» $1 \cdot 10^{-3}$	» $3 \cdot 10^{-3}$	$2,8 \cdot 10^{-4}$

Изменение № 1 ГОСТ 23116.3—78 Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения железа, меди, никеля, олова и свинца

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.12.83 № 6502 срок введения установлен

с 01.07.84

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1721.

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на см³.

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 23116.0—83».

Раздел 2. Заменить ссылку и слова: ГОСТ 1770—74 на ГОСТ 12738—77; «чашки кварцевые» на «чашки кварцевые по ГОСТ 19908—80»;

шестнадцатый — восемнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463—79 или полученный из угольных электродов особой чистоты;

Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147—80;

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78»;

двадцать третий абзац. Исключить слова: «по ГОСТ 10691.1—73»;

двадцать четвертый и двадцать пятый абзацы исключить.

Раздел 3. Заменить слова: «угольным порошком» на «графитовым порошком».

Пункт 4.1. Заменить слова: «Средняя квадратичная ошибка метода не превышает 10 ‰» на «Относительное среднее квадратическое отклонение равно 0,10»;

четвертый абзац дополнить словами: «если выполняется условие разд. 2 ГОСТ 23116.0—83».

Пункт 4.2 исключить.

(ИУС № 4 1984 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 23116.3—78 Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения железа, меди, никеля, олова и свинца

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.12.88 № 4127

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта заменить код: ОКСТУ 1721 на ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить слова: «образцы для построения градуировочного графика» и «градуировочные образцы» на «образцы сравнения».

Вводная часть. Третий абзац исключить.

Раздел 2. Пятый абзац. Исключить слово: «нерегистрирующий»;

шестой абзац дополнить словами: «с регулятором температуры до 600 °С»;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г»;

восьмой абзац дополнить словами: «с погрешностью взвешивания не более 0,001 г»;

девятый абзац. Заменить слово: «приблизительно» на «диаметром»;

одиннадцатый абзац дополнить словами: «типа РНО-250—2»;

восемнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84;

девятнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 4.1. Третий абзац исключить;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое 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_n), вычисленного по формуле

$$d_n = 0,3\bar{x},$$

где \bar{x} — среднее арифметическое 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_a), вычисленного по формуле

$$d_a = 0,4\bar{y},$$

где \bar{y} — среднее арифметическое двух сопоставимых результатов анализа».

(ИУС № 3 1989 г.)