

КАДМИЙ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Метод спектрографического определения цинка

Cadmium high purity. Method of spectrographic determination of zinc

ГОСТ

23116.4—78

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 цинка (при массовой доле цинка от $3 \cdot 10^{-5}$ 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.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

Весы торсионные типа ВТ.

Весы лабораторные.

Плитка электрическая по ГОСТ 306—76, 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 приблизительно 1,5 мм.

Порошок угольный спектрально чистый по цинку.

Кислота азотная марки ОСЧ 19—4.

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

Фотопластинки спектрографические типа III по ГОСТ 10691.1—73.

Чашки кварцевые.

Ступка из органического стекла.

Проявитель метолгидрохиноновый.

Фиксаж кислый.

Кадмий марки Кд-0000 по ГОСТ 22860—77.

Печь муфельная.

Оксид висмута по ГОСТ 10216—75.

Аммиак марки ОСЧ 17—4.

Образцы для построения градуировочного графика. 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 окисной 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°C до прекращения выделения окислов азота (30—40 мин). Основной образец, содержащий 1% цинка (в расчете на кадмий металлический), готовят введением расчетного количества окиси цинка в основу. Методом последовательного разбавления каждого вновь приготовленного образца основой готовят серию градуировочных образцов.

Приготовленные таким образом градуировочные образцы имеют следующие массовые доли цинка в процентах: $2,1 \cdot 10^{-5}$; $6,3 \cdot 10^{-5}$; $1,9 \cdot 10^{-4}$; $5,7 \cdot 10^{-4}$; $1,7 \cdot 10^{-3}\%$.

Буферная смесь; готовят из угольного порошка с добавлением 5% окиси висмута.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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

Источником возбуждения спектров служит дуга постоянного тока силой 8 А между вертикально поставленными угольными

электродами. Пробы и градуировочные образцы, предварительно смешанные с буферной смесью в соотношении 7:1, по 50 мг помещают: в углубление угольного электрода (анода) диаметром и глубиной 4 мм. Electroды 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.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

По градуировочным графикам находят содержание цинка в пробе.

Средняя квадратичная ошибка метода не более 10%.

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

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

Массовая доля цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,00003 до 0,00007	$8,3 \cdot 10^{-6}$
Св. 0,00007 » 0,0003	$2,0 \cdot 10^{-5}$
» 0,0003 » 0,0009	$8,1 \cdot 10^{-5}$
» 0,0009 » 0,002	$2,5 \cdot 10^{-4}$

Изменение № 1 ГОСТ 23116.4—78 Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения цинка

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.

Вводная часть. Заменить значение: $3 \cdot 10^{-5}$ на $1 \cdot 10^{-5}$.

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: ГОСТ 306—76 на ГОСТ 14919—83;

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

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78»;

тринадцатый и четырнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Фотопластинки спектрографические типа Ш или УФШ;

чашки кварцевые по ГОСТ 19908—80»;

шестнадцатый и семнадцатый абзацы исключить;

двадцать первый абзац изложить в новой редакции: «Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147—80»;

двадцать третий абзац. Заменить значения: $2,1 \cdot 10^{-5}$; $6,3 \cdot 10^{-5}$; $1,9 \cdot 10^{-4}$; $5,7 \cdot 10^{-4}$; $1,7 \cdot 10^{-3}$ на $1 \cdot 10^{-5}$; $2,5 \cdot 10^{-5}$; $5 \cdot 10^{-5}$; $1 \cdot 10^{-4}$; $2,5 \cdot 10^{-4}$; $5 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-3}$; $2,5 \cdot 10^{-3}$; $5 \cdot 10^{-3}$;

последний абзац. Заменить слова: «угольного порошка» на «порошкового графита».

Пункт 4.1. Заменить слова: «Средняя квадратичная ошибка метода не более 10 %» на «Относительное среднее квадратическое отклонение равно 0,1»;

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

Пункт 4.2 исключить.

(ИУС № 4 1984 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 23116.4—78 Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения цинка

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 заменить слова: «Образцы для построения градуировочного графика» и «градуировочные образцы» на «образцы сравнения», «окпс» на «окснд».

Раздел 2. Пятый абзац. Исключить слово: «нерегистрирующий»; шестой абзац дополнить словами: «с погрешностью взвешивания не более 0,001 г»;

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

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

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

девятнадцатый абзац дополнить словами: «с регулятором температуры до 600 °С».

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».