

**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 прокалывают вначале на электроплитке, а затем в муфельной печи при  $500^\circ\text{C}$  до прекращения выделения оксидов 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  $\Delta S = S_T - S_{cp}$ ,  $C$  — 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», «окись» на «оксид».

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»;

одиннадцатый 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».

(ИУС № 3 1989 г.)