

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 контроэлектроды 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

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 набивкой 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 $S_{\lambda+\phi}$ и S_{ϕ} , пользуясь характеристической кривой, определяют логарифмы интенсивности линии и фона $\lg(I_{\lambda} + I_{\phi})$ и логарифм интенсивности фона $\lg I_{\phi}$. Затем находят $I_{\lambda} = (I_{\lambda} + I_{\phi}) - I_{\phi}$. 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_n), вычисленного по формуле

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

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_s), вычисленного по формуле

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

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)