

КАДМИЙ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Метод спектрографического определения ртути

Cadmium high purity. Method of spectrographic determination of mercury

ГОСТ
23116.2—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 ртути (при массовой доле ртути от $8 \cdot 10^{-5}$ 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.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии любого типа с трехлинзовой системой освещения щели.

Спектропроектор типа ПС-18.

Генератор дуги постоянного тока.

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

Весы торсионные типа ВТ.

Весы лабораторные.

Электроды угольные ос. ч. диаметром 6 мм, с размером кратера 4×15 мм и контрэлектроды длиной 30—50 мм, один конец заточен на усеченный конус с площадкой диаметром приблизительно 1,5 мм.

Ртуть по ГОСТ 4658—73.

Литий хлористый.

Кадмий по ГОСТ 22860—77.

Калий хлористый по ГОСТ 450—70.

Тигли графитовые или графито-шамотные с крышками.

Напильники для заточки электродов по ГОСТ 1465—69.

Электропечь лабораторная по ГОСТ 13474—70, тигельная, позволяющая получать температуру до 500°C.

Фотопластинки спектрографические типа II по ГОСТ 10691.1—73.

Проявитель метолгидрохиноновый. Время проявления фотопластинок 4—5 мин при температуре проявителя 18—20°C.

Фиксаж кислый.

Образцы для построения градуировочного графика. 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°C 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 градуировочный образец. Затем методом последовательного разбавления каждого вновь полученного образца основной в 2—3 раза готовят серию рабочих образцов. Приготовленные образцы тщательно анализируют колориметрическим методом по ГОСТ 19674—74.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Определение ртути проводят на кварцевом спектрографе средней дисперсии с трехлинзовым конденсором. Ширина щели 0,020 мм. Массу навески пробы или градуировочного образца (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.

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

$S_{л+ф}$ и $S_{ф}$, пользуясь характеристической кривой, определяют логарифмы интенсивности линии и фона $\lg(I_{л+I_{ф}})$ и логарифм интенсивности фона $\lg I_{ф}$. Затем находят $I_{л} = (I_{л+I_{ф}}) - I_{ф}$. 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 градуировочными образцами фотографируют спектр железа через девятиступенчатый платиновый ослабитель.

Средняя квадратичная ошибка метода — не более 12%.

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 ртути, %		Абсолютные допускаемые расхождения, %
От $8 \cdot 10^{-5}$	до $2 \cdot 10^{-4}$	$2,7 \cdot 10^{-5}$
Св. $2 \cdot 10^{-4}$	» $5 \cdot 10^{-4}$	$6,7 \cdot 10^{-5}$
» $5 \cdot 10^{-4}$	» $1 \cdot 10^{-3}$	$1,7 \cdot 10^{-4}$
» $1 \cdot 10^{-3}$	» $5 \cdot 10^{-3}$	$3,3 \cdot 10^{-4}$

Изменение № 1 ГОСТ 23116.2—78 Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения ртути

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: $8 \cdot 10^{-5}$ на $5 \cdot 10^{-5}$.

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 ссылки: ГОСТ 450—70 на ГОСТ 4234—77, ГОСТ 1465—69 на ГОСТ 1465—80, ГОСТ 13474—70 на ГОСТ 13474—79;

первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрограф кварцевый средней дисперсии типа ИСП-30 или спектрограф дифракционный типа ДФС-8 или СТЭ-1 с трехлинзовой системой освещения щели»;

пятнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Фотопластинки спектрографические типа I или II»;

шестнадцатый и семнадцатый абзацы исключить.

Пункт 4.1. Третий абзац. Заменить слова: «Средняя квадратичная ошибка метода — не более 12 %» на «Относительное среднее квадратическое отклонение равно 0,12»;

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

Пункт 4.2 исключить.

(ИУС № 4 1984 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 23116.2—78 Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения ртути

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

Дата введения 01.07.88

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».

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

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

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

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

четырнадцатый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 13474—70»;

пятнадцатый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 10691.1—73»;

шестнадцатый, семнадцатый абзацы исключить.

Пункт 4.1. Третий абзац исключить;

последний 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 допустимого 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 допустимого 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.)