НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

Группа В59

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КАДМИЙ

Метод спектрографического определения цинка и железа

Cadmium. Method of spectrografic for the determination of zinc and iron

ГОСТ
17262.4—78

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает спектрографический метод определения цинка и железа в кадмии в диапазоне массовых долей, %:

- цинк — от 0,0008 до 0,016;
- железо — от 0,0002 до 0,006.

Данный метод применяется в случае разногласий в оценке качества.

В основу спектрографического определения примесей положен метод «трех эталонов» с возбуждением спектра в дуговом режиме. Анализируемый металлический кадмий предварительно переводят в оксид.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Пробу на анализ отбирают в виде стружки или кусочка по ГОСТ 1467.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 с дифракционной решеткой 600 штрихов/мм и трехлинзовой системой освещения щели.

Генератор активизированной дуги переменного тока.

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

Спектропроектор типа ПС-18.

Электропечь муфельная.

Плитка электрическая.

Весы торсионные типа ВТ с погрешностью взвешивания не более 0,01 г.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Чашки кварцевые по ГОСТ 19908.

Колбы с градуированной горловиной по ГОСТ 1770.

Пипетки по ГОСТ 29227 вместимостью 1 и 2 $см^3$.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125.

Аммиак марки ОСЧ 17—4.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, перегнанная в кварцевом аппарате.

Электроды графитовые марки ОСЧ диаметром 6 мм с кратером размером 4 × 4 мм и сквозным поперечным отверстием диаметром 0,8 мм в нижней части кратера. Контрэлектрод — графитовый стержень, заточенный на усеченный конус.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

Пластинки фотографические спектрографические типов ПФС-02, ПФС-03, НТ-2СВ по действующей НД или другого типа, позволяющие получить требуемую чувствительность определяемых элементов.

Проявитель метолгидрохиноновый следующего состава:

метол по ГОСТ 25664 — (1,00 ± 0,01) г;

гидрохинон по ГОСТ 19627 — (5,00 ± 0,01) г;

сульфит натрия по ГОСТ 195 или ГОСТ 5644 — (26,0 ± 0,1) г;

натрий углекислый по ГОСТ 83 — (20,0 ± 0,1) г;

калий бромистый по ГОСТ 4160 — (1,00 ± 0,01) г;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — до 1000 $см^3$.

Время проявления фотопластинок (7 ± 1) мин при температуре 18—20 °С.

Примечание. Разрешается применять проявители другого состава.

Кадмий по ГОСТ 1467 с содержанием цинка менее $5 \cdot 10^{-4}$, железа менее $1 \cdot 10^{-4}$ %.

Цинк по ГОСТ 3640.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849.

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463.

Натрия хлорид марки ОСЧ-6—4.

Стандартный раствор А, содержащий 10 мг цинка в 1 $см^3$.

Стандартный раствор В, содержащий 3 мг железа в 1 $см^3$.

Образцы для построения градуировочного графика. Основой для приготовления образцов служит оксид кадмия, полученный путем растворения кадмия металлического с содержанием цинка менее $5 \cdot 10^{-4}$, железа менее $1 \cdot 10^{-4}$ % в концентрированной азотной кислоте и прокаливания осадка в муфельной печи при температуре ~ 500 °С. Головной образец, содержащий 0,16 % цинка и 0,06 % железа в расчете на кадмий металлический, готовят следующим образом. В кварцевую чашку вместимостью 50 $см^3$ помещают 5,7 г оксида кадмия и вводят по каплям 0,8 $см^3$ раствора А и 1 $см^3$ раствора В. Смесь выпаривают, высушивают на электроплитке и прокаливают в муфельной печи при t = 500 °С. Разбавлением головного образца основой в 10 раз получают первый градуировочный образец, последовательным разбавлением которого основой в два раза получают серию рабочих образцов с массовой долей, %:

- цинка — 0,016; 0,008; 0,004; 0,002; 0,0008;
- железа — 0,006; 0,002; 0,001; 0,0005; 0,0002.

Определение массовой доли цинка в кадмии марки Кд2С и железа в кадмии марок Кд2С и Кд2 проводят по ГОСТ 12072.2 и ГОСТ 12072.3.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 5—6 г промывают в растворе аммиака, ополаскивают водой и переносят в кварцевую чашку вместимостью 50 $см^3$ для растворения в азотной кислоте. Раствор выпаривают и высушивают под инфракрасной лампой или на электроплитке и затем прокаливают в муфельной печи при температуре 500 °С в течение 20—30 мин. От каждой пробы отбирают по две навески и проводят химическую подготовку описанным способом.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Подготовленные анализируемые пробы и градуировочные образцы смешивают в отношении 10:1 с буферным составом, состоящим из графитового порошка и 2 % хлористого натрия, и по 100 мг помещают в кратеры угольных электродов. Графитовые электроды предварительно обжигают в дуге постоянного или переменного тока силой 10 А в течение 15 с.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.3. Три спектра каждого из градуировочных образцов и шесть спектров пробы (по три из каждой навески) фотографируют на дифракционном спектрографе типа ДФС-8 в первом порядке в дуге постоянного тока силой 15 А, при ширине щели спектрографа 0,015 мм, используя фотопластинки. Время экспонирования 40 с.

(Измененная редакция, Изм. № 2).