



**ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР**

КАДМИЙ
МЕТОДЫ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА
ГОСТ 17262.1-78 – ГОСТ 17262.4-78

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

КАДМИЙ**ГОСТ****Метод спектрографического определения содержания меди, никеля, свинца и таллия****17262.1—78**

Cadmium. Method of spectrographic for the determination of copper, nickel lead and thallium content

**Взамен
ГОСТ 17262—71****Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 августа 1978 г. № 2364 срок действия установлен****с 01.01. 1980 г.
до 01.01. 1985 г.****Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает спектрографический метод определения содержания меди, никеля, свинца и таллия в кадмии в следующем интервале концентраций, %:

медь от 0,002 до 0,08;

никель от 0,001 до 0,007;

свинец от 0,006 до 0,1;

таллий от 0,0009 до 0,08.

Данный метод применяется в случае разногласий в оценке качества.

В основу спектрографического метода определения примесей положен метод «трех эталонов» с возбуждением спектра в дуговом режиме.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Пробу на анализ отбирают по ГОСТ 1467—77 в виде литых стержней круглого сечения диаметром ~ 10 мм и длиной 75—100 мм.

Если проба на анализ поступает в форме чушки, то среднюю пробу отбирают в виде стружки по ГОСТ 1467—77; расплавляют в предварительно разогретом графитовом тигле с крышкой при 340—350°C под флюсом LiCl+KCl (в соотношении 1:1) и отливают в изложницу в виде стержней указанных выше размеров.

Издание официальное**Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1978

Диаметр подготовленных к анализу проб и стандартных образцов должен быть одинаков. Нельзя использовать электроды длиной менее 30—40 мм.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии любого типа, позволяющий за одну экспозицию получить спектр от 230,0 до 400,0 нм, укомплектованный трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем.

Генератор активизированной дуги переменного тока.

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

Спектропроектор типа ПС-18.

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

Тигли графитовые или графито-шамотные с крышками.

Изложница для отливки электродов круглого сечения диаметром 10 мм и длиной 75—100 мм, изготовленная из стали, чугуна или графита.

Напильники по ГОСТ 1465—69 или вращающийся шлифовальный круг по ГОСТ 2424—75, или станок КП-35 для заточки электродов.

Стандартные образцы № 1124-77—№ 1128-77.

Калий хлористый по ГОСТ 450—77.

Литий хлористый.

Фотопластинки спектрографические типа II по ГОСТ 10691.1—73.

Проявитель метолгидрохиноновый.

Время проявления фотопластинок 4—5 мин при температуре 18°C.

Фиксаж кислый состава:

натрий серноватисто-кислый по ГОСТ 244—76 — 500 г;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72 — 100 г;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 — 2 л.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Определение содержания примесей проводят на кварцевом спектрографе средней дисперсии с трехлинзовой системой освещения щели. Допускается использовать приборы с фотоэлектрической регистрацией спектра. Ширина щели спектрографа 0,020 мм. Перед щелью устанавливают трехступенчатый ослабитель. Электроды затачивают «на крышу» с прямоугольной площадкой шириной 2,0—2,5 мм и укрепляют в штативе так, чтобы длинная сторона рабочей площадки была параллельна оптиче-

кой оси. Разрешается заточка обоих электродов на полусферу или нижнего на плоскость, а верхнего на полусферу. Расстояние между электродами 2,0—2,5 мм. В качестве источника возбуждения используют дуговой генератор. Сила тока 2,5—4,0 А. Экспозиция 20—40 с. Спектры проб и стандартных образцов на одну фотопластинку фотографируют по 2—4 раза.

3.2. Для определения примесей в указанном интервале концентраций используют следующие пары линий:

Линии примесей, нм	Линии сравнения, нм	Интервал концентраций, %
Cu 327,40	Cd 364,96 или 308,08	0,002—0,08
Pb 368,35	Cd 364,96 или 308,08	0,006—0,05
Pb 283,31	Cd 364,96 или 308,08	0,02—0,1
Ni 305,08	Cd 308,08	0,001—0,007
Tl 377,57	Cd 364,96 или 308,08	0,0009—0,01
Tl 351,9	Cd 364,96 или 308,08	0,005—0,08

Для проверки возможного наложения на линию таллия 377,57 нм линии никеля 377,56 нм используют контрольную линию никеля 378,35 нм, которая появляется при содержании никеля свыше 0,005%.

Наличие тысячных долей процента алюминия в пробах кадмия резко искажает истинное содержание никеля. Поэтому при появлении в спектре линии алюминия с длиной волны 309,2 нм содержание никеля спектрально определять нельзя.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернения аналитических линий определяемых элементов и элементов сравнения. Градуировочные графики строят в координатах

$$\Delta S - \lg C,$$

где $\Delta S = S_{\text{л}} - S_{\text{ср}}$;

$S_{\text{л}}$ — почернение линии определяемого элемента;

$S_{\text{ср}}$ — почернение линии сравнения;

C — концентрация определяемого элемента в стандартных образцах.

Для построения градуировочных графиков допускается использовать полулогарифмическую бумагу.

По градуировочным графикам находят содержание примесей.

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений, полученных на двух фото-

пластинках. Коэффициент вариации не должен превышать 10%.

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

Определяемый элемент	Массовая доля определяемого элемента, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
Медь	От 0,002 до 0,004	0,0005
	Св. 0,004 " 0,01	0,001
	" 0,01 " 0,03	0,003
	" 0,03 " 0,08	0,008
Свинец	От 0,006 до 0,02	0,002
	Св. 0,02 " 0,05	0,005
	" 0,05 " 0,1	0,01
Таллий	От 0,0009 до 0,002	0,0002
	Св. 0,002 " 0,005	0,0005
	" 0,005 " 0,01	0,001
	" 0,01 " 0,03	0,003
	" 0,03 " 0,08	0,008
Никель	От 0,001 до 0,002	0,0003
	Св. 0,002 " 0,007	0,0005

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 17262.1—78	Кадмий. Метод спектрографического определения содержания меди, никеля, свинца и таллия	1
ГОСТ 17262.2—78	Кадмий. Метод атомно-абсорбционного определения содержания цинка	5
ГОСТ 17262.3—78	Кадмий. Метод спектрального определения содержания мышьяка, сурьмы и олова	9
ГОСТ 17262.4—78	Кадмий. Метод спектрографического определения содержания цинка и железа	11

(Продолжение изменения к ГОСТ 17262.1—78)

Результаты анализа считают правильными, если воспроизведенное содержание компонента в ГСО отличается от его аттестованной характеристики не более чем на половину значения d_n .

При контроле правильности независимым методом результаты анализа считают правильными при выполнении соотношения

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \leq 0,71 \sqrt{D_1^2 + D_2^2},$$

где \bar{X}_1 и \bar{X}_2 — массовая доля определяемого элемента в контрольной и контролируемой методиках анализа, %;

D_1 и D_2 — допускаемые расхождения двух результатов анализа в контрольной и контролируемой методиках анализа, %.

Контроль правильности результатов анализа необходимо проводить после длительных перерывов в работе, после ремонта оборудования».

Пункт 5.5. Заменить ссылку: ГОСТ 12.4.011—75 на ГОСТ 12.4.011—87.

Пункт 5.8. Второй абзац изложить в новой редакции: «Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны — по ГОСТ 12.1.016—79».

Пункты 5.8, 5.10. Заменить ссылку: ГОСТ 12.1.005—76 на ГОСТ 12.1.005—88.

Пункт 5.12. Исключить ссылки: «по ГОСТ 12.4.003—80», «по ГОСТ 12.4.041—78».

(ИУС № 9 1989 г.)

Изменение № 3 ГОСТ 17262.1—78 Кадмий. Метод спектрографического определения меди, никеля, свинца и таллия

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8 от 12.10.95)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 1969

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Наименование стандарта и вводная часть. Заменить слова: «**спектрографического**» на «**спектрального**», «**спектрографический**» на «**спектральный**».

Вводная часть. Последний абзац изложить в новой редакции:

«Метод спектрального анализа основан на возбуждении спектра дуговым разрядом с фотографической или фотоэлектрической регистрацией эмиссионных спектральных линий».

Пункт 1.1 изложить в новой редакции:

«1.1. Общие требования к методу спектрального анализа кадмия — по ГОСТ 25086—87.

Пробу отбирают по ГОСТ 1467—93 и поставляют на спектральный анализ в виде литых стержней диаметром $(10 \pm 0,2)$ мм и длиной 50—100 мм или в виде цилиндров диаметром 20—40 мм и высотой 10—50 мм.

Стандартные образцы и поступающие на анализ пробы должны быть адекватны по структуре, форме и размерам, анализируемая поверхность должна быть обработана одинаковым способом».

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Комплект аппаратуры для эмиссионного спектрального анализа с

(Продолжение см. с. 8)

фотографической (спектрографы типа ИСП-30 или ДФС-8) или фотоэлектрической (квантометры типа МФС-8) регистрацией спектра, обеспечивающей необходимую чувствительность, позволяющей за одну экспозицию получить спектр от 270 до 400 нм»;

седьмой абзац. Исключить слова: «диаметром 10 мм и длиной 75—100 мм»;

девятый абзац изложить в новой редакции:

«Стандартные образцы для построения градуировочного графика, изготовленные и аттестованные по ГОСТ 8.315—97»;

десятый, одиннадцатый абзацы исключить;

двенадцатый, тринадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«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—83 (1,00±0,01) г

гидрохинон по ГОСТ 19627—74 (5,00±0,01) г

сульфит натрия по ГОСТ 195—77 или ГОСТ 5644—75 (26,0±0,1) г

натрий углекислый по ГОСТ 83—79 (20,0±0,1) г

калий бромистый по ГОСТ 4160—74 (1,00±0,01) г

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 до 1000 см³»;

четырнадцатый абзац. Заменить значение: «4—5 мин» на «(7±1) мин»;

дополнить примечанием:

«Примечание. Разрешается применять проявители другого состава».

Пункт 3.2. Первый абзац и таблицу изложить в новой редакции:

«Аналитические линии определяемых элементов, линии сравнения и диапазоны массовых долей указаны в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

нм

Линия примеси	Линия сравнения	Диапазон массовых долей, %
Cu 327,40	Cd 364,96 или 308,08	0,002—0,03
Pb 368,35	Cd 364,96 или 308,08	0,006—0,05
Pb 283,31	Cd 364,96 или 308,08	0,02—0,2
Ni 305,08 или 310,15	Cd 308,08	0,0008—0,007
Tl 377,57	Cd 364,96 или 308,08	0,0009—0,01
Tl 351,9	Cd 364,96 или 308,08	0,005—0,03

(Продолжение см. с. 9)

дополнить абзацем:

«При выполнении анализа на приборе с фотоэлектрической регистрацией спектра (МФС-8 и другие) подбирают оптимальные условия возбуждения и регистрации спектров, чтобы достичь необходимой чувствительности и точности результатов анализа. В качестве противоэлектрода используют электрод, предлагаемый фирмой-изготовителем прибора, или угольный стержень, заточенный на усеченный конус с площадкой диаметром ~1,0 мм. Аналитические линии и линии сравнения используют те же, что указаны в таблице, или подбирают экспериментальным путем другие, дающие необходимую чувствительность и свободные от наложения мешающих линий и молекулярных полос. При этом допускается одновременно определять массовые доли меди, никеля, свинца, таллия, цинка, сурьмы, мышьяка, олова и железа».

Пункт 4.1. Заменить слово: «концентрация» на «массовая доля»;
дополнить абзацами:

(Продолжение см. с. 10)

«При работе на квантометрах градуировочные графики строят в координатах $n - \lg C$, где C — аттестованное значение массовой доли определяемого элемента в стандартных образцах;

n — показания выходного измерительного прибора, пропорциональные логарифму относительной интенсивности линий определяемого элемента и элемента сравнения.

Для квантометров, у которых показания выходного прибора пропорциональны относительной интенсивности линий, градуировочные графики строят в координатах $n - C$ ».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции:

«4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений (из трех спектрограмм каждое), полученных на одной фотопластинке при фотографической регистрации, и среднее арифметическое результатов двух параллельных определений (из трех измерений каждое) при фотоэлектрической регистрации спектра».

(ИУС № 4 1999 г.)

Редактор *И. Л. Виноградская*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в набор 07.09.78 Подп. в печ. 30.10.78 1,0 п. л. 0,81 уч. изд. т. Тир. 16000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов Москва, Д-557, Новопресненский пер. 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256 Зак. 2790