МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАДМИЙ

Метод спектрального определения меди, никеля, свинца и таллия

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

ГОСТ 17262.1—78

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

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

- медь от 0,002 до 0,03;
- никель от 0,0008 до 0,007;
- свинец от 0,006 до 0,2;
- таллий от 0,0009 до 0,03.

Данный метод применяется в случае разногласий в оценке качества.

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

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

Пробу отбирают по ГОСТ 1467 и поставляют на спектральный анализ в виде литых стержней диаметром (10 ± 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.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Комплект аппаратуры для эмиссионного спектрального анализа с 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.

Генератор активизированной дуги переменного тока.

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

Спектропроектор типа ПС-18.

Электропечь лабораторная, тигельная, позволяющая получать температуру до 500 °С.

Тигли графитовые или графито-шамотные с крышками.

Изложница для отливки электродов круглого сечения, изготовленная из стали, чугуна или графита.

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

Стандартные образцы для построения градуировочного графика, изготовленные и аттестованные по ГОСТ 8.315.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

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 °С.
Фиксаж кислый состава:
натрий серноватистокислый по ГОСТ 244 — 500 г;
аммоний хлористый по ГОСТ 3773 — 100 г;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — 2 $дм^3$.

Примечание. Разрешается применять проявители другого состава.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Определение содержания примесей проводят на кварцевом спектрографе средней дисперсии или дифракционном спектрографе 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 оптической 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. По три спектра стандартных образцов и по шесть спектров пробы фотографируют на одной фотопластинке.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

Таблица 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

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.

При фотографировании спектров на дифракционном спектрографе используют линию никеля 341,47 нм, в качестве линии сравнения — линию кадмия 364,96 нм.

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.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

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 $\Delta S = S_л - S_{ср}$;

$S_л$ — почернение линии определяемого элемента;

$S_{ср}$ — почернение линии сравнения;

C — массовая доля определяемого элемента в стандартных образцах.

Для построения градуировочных графиков допускается использовать полулогарифмическую бумагу.

По градуировочным графикам находят содержание примесей.

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 $n—C$.

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

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

4.3. Расхождение результатов двух параллельных определений с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должно превышать значения допускаемого расхождения d_n, рассчитанного по формуле

$$d_n = 0{,}22 \cdot \overline{X}_n ,$$

где $\overline{X}_n$ — среднеарифметическое двух результатов параллельных определений.

Расхождение результатов двух анализов с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должно превышать значения допускаемого расхождения, рассчитанного по формуле

$$D = 0{,}30 \cdot \overline{X}_a ,$$

где $\overline{X}_a$ — среднеарифметическое двух сопоставляемых результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4. Контроль правильности результатов анализа осуществляют по государственным стандартным образцам или сравнением с результатом анализа, полученным независимым методом по ГОСТ 12072.1, ГОСТ 12072.4, ГОСТ 12072.8 и ГОСТ 12072.10.

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

$$\left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right| \le 0{,}71 \sqrt{D_1^2 + D_2^2} ,$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ — 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.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. При анализе кадмия все работы в лаборатории должны проводиться на приборах и электроустановках, конструкция которых должна соответствовать правилам устройства электроустановок, утвержденным Госэнергонадзором, и ГОСТ 12.2.007.0.

5.2. Пробы кадмия, поступившие на анализ, следует хранить в бумажной или полиэтиленовой упаковке, а реактивы (токсичные, едкие, взрывоопасные), применяемые для анализа, следует хранить в шкафах или боксах, оборудованных вентиляцией, в упакованном виде.

5.3. При эксплуатации электроприборов и электроустановок в процессе спектрального анализа необходимо соблюдать правила технической эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденные Госэнергонадзором, и требования ГОСТ 12.3.019.

Конструкция электроприборов и электроустановок должна предусматривать заземляющие устройства по ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 21130.

5.4. При анализе кадмия следующие реактивы и материалы оказывают вредное действие на организм человека: кадмий, оксид кадмия, цинк, азотная кислота, аммиак, литий хлористый, калий хлористый, графитовые электроды, при заточке которых образуется углеродосодержащая пыль. При работе с указанными веществами следует соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.007.

5.5. Для предотвращения попадания в воздух рабочей зоны озона, оксидов азота, металлов и углерода, выделяющихся в источниках возбуждения спектров и вредно действующих на организм работающего, в количествах, превышающих предельно допустимые концентрации, для защиты от электромагнитных излучений и предотвращения ожога ультрафиолетовыми лучами каждый источник возбуждения спектров должен помещаться внутри приспособления, оборудованного встроенными вытяжными воздухоприемниками и защитным экраном по ГОСТ 12.1.019 и ГОСТ 12.4.011.

5.6. Станок, используемый для заточки графитовых электродов, должен быть оборудован местным отсасывающим вентиляционным устройством для предотвращения попадания углеродосодержащей пыли в воздух рабочей зоны.

5.7. Подготовка проб к анализу (взятие навесок, растворение, выпаривание, перемешивание с графитовым порошком) должна проводиться в вытяжных шкафах или боксах, оборудованных вентиляционными системами.

5.1—5.7. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

5.8. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005.

Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны — по ГОСТ 12.1.016.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.9. Для предотвращения загрязнения сточных вод и воздушного бассейна токсичными веществами должны производиться утилизация, обезвреживание и уничтожение вредных отходов от производства анализов кадмия в соответствии с санитарными правилами, утвержденными Минздравом СССР.

5.10. Вентиляция лабораторных помещений должна быть приточно-вытяжной с механическим побуждением и обеспечивать на рабочих местах метеорологические условия и чистоту воздушной среды по ГОСТ 12.1.005. Вентиляционные системы — по ГОСТ 12.4.021.

5.11. Лабораторные помещения и их оборудование должны соответствовать типовым правилам пожарной безопасности для промышленных предприятий, утвержденным ГУПО МВД СССР, и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5.9—5.11. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

5.12. При анализе кадмия все работы необходимо выполнять в сухой исправной спецодежде и защитных средствах (халаты по ГОСТ 12.4.016, резиновые перчатки по ГОСТ 3, очки защитные, респираторы согласно типовым отраслевым нормам бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений рабочим и служащим предприятий цветной металлургии.

Спецодежду и предохранительные приспособления необходимо использовать в соответствии с правилами выдачи, хранения и использования спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.13. Работающие с кадмием должны обеспечиваться молоком согласно правилам бесплатной

выдачи молока и других равноценных пищевых продуктов рабочим и служащим, занятым в производствах, цехах, на участках и в других подразделениях с вредными условиями труда.

5.14. Организация обучения работающих требованиям безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

Требования к профессиональному отбору и проверке знаний работающих — по ГОСТ 12.3.002.

5.13, 5.14. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.08.78 № 2364

Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8 от 12.10.95)

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

3. ВЗАМЕН ГОСТ 17262—71

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3—88	5.12	ГОСТ 244—76	2
ГОСТ 8.315—97	2	ГОСТ 1465—80	2
ГОСТ 12.0.004—90	5.14	ГОСТ 1467—93	1.1
ГОСТ 12.1.007—76	5.4	ГОСТ 2424—83	2
ГОСТ 12.1.005—88	5.8, 5.10	ГОСТ 5644—75	2
ГОСТ 12.1.016—79	5.8	ГОСТ 3773—72	2
ГОСТ 12.1.019—79	5.5	ГОСТ 4160—74	2
ГОСТ 12.2.007.0—75	5.1	ГОСТ 4234—77	2
ГОСТ 12.3.002—75	5.14	ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 12.3.019—80	5.3	ГОСТ 12072.1—79	4.4
ГОСТ 12.4.009—83	5.11	ГОСТ 2072.4—79	4.4
ГОСТ 12.4.011—89	5.5	ГОСТ 12072.8—79	4.4
ГОСТ 12.4.016—83	5.12	ГОСТ 12072.10—79	4.4
ГОСТ 12.4.021—75	5.10	ГОСТ 21130—75	5.3
ГОСТ 83—79	2	ГОСТ 19627—74	2
ГОСТ 195—77	2	ГОСТ 25086—87	1.1
		ГОСТ 25664—83	2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в марте 1984 г., июне 1989 г., январе 1999 г. (ИУС 6—84, 9—89, 4—99)

gost.e-ecolog.ru