

КАДМИЙ

Метод спектрального определения содержания мышьяка, сурьмы и олова

Cadmium. Method of spectral for the determination of arsenic, antimony and tin content

ГОСТ
17262.3—78

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 экспрессный полуколичественный спектрографический метод определения содержания мышьяка, сурьмы и олова в кадмии всех марок, кроме Кд0А. Метод основан на фотографировании спектра стандартного образца и пробы и визуального сравнения почернений аналитических линий определяемого элемента в полученных спектрах.

1. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии с трехлинзовой системой освещения щели.

Генератор активизированной дуги переменного тока.

Выпрямитель постоянного тока.

Спектропроектор типа ПС-18.

Электропечь муфельная по ГОСТ 13474—70.

Плитка электрическая.

Весы торсионные типа ВТ.

Чашки выпарительные фарфоровые по ГОСТ 9147—73, вместимостью 50 мл.

Угольные электроды диаметром 6 мм с размером кратера 4×6 мм. Контрэлектрод — угольный стержень, заточенный на усеченный конус.

Стандартный образец № 1129—77, приготовленный на основе окиси кадмия с содержанием олова — $1,8 \cdot 10^{-3}$; мышьяка — $1,7 \cdot 10^{-3}$; сурьмы — $1,8 \cdot 10^{-3}$ — %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Фотопластинки спектрографические типов I и III по ГОСТ 10691.1—73.

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

Фиксаж кислый состава:

натрий серноватистокислый по ГОСТ 244—76 — 500 г;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72 — 100 г;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 — 2 л.

2. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

2.1. Пробу — кусочек металлического кадмия массой 1,5—2,0 г растворяют в азотной кислоте, выпаривают и высушивают на электроплитке, после чего прокаливают в муфельной печи в течение 15—20 мин при температуре 500°C.

2.2. Пробу и стандартный образец по 100 мг помещают в кратеры угольных электродов и сжигают в дуге постоянного тока силой 15 А.

Спектры фотографируют на спектрографе кварцевом средней дисперсии. Ширина щели 0,012 мм. Экспозиция 3 мин. Фотопластинки типа I для длинноволновой области спектра и типа III для коротковолновой.

На спектропроекторе визуально сравнивают степень почернения следующих аналитических линий мышьяка, сурьмы и олова в стандартном образце и пробе.

Длина волн должна быть равна:

мышьяка — 234,9 нм,

сурьмы — 231,1 или 259,8 нм,

олова — 235,4 или 284,0 нм.

Количественное определение содержания указанных элементов проводят по ГОСТ 12072.5-71 — ГОСТ 12072.7-71.

Изменение № 1 ГОСТ 17262.3—78 Кадмий. Метод спектрального определения содержания мышьяка, сурьмы и олова

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.03.84 № 868 срок введения установлен

с 01.09.84

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Вводная часть. Заменить слова: «кроме Кд0А» на «с пределом обнаружения для мышьяка $1,7 \cdot 10^{-3}$, сурьмы и олова — $1,8 \cdot 10^{-3}$ »; дополнить абзацем: «Общие требования — по ГОСТ 25085—81; требования безопасности — по ГОСТ 17262.1—78».

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: л на дм^3 , мл на см^3 .

Раздел 1. Заменить ссылку: ГОСТ 13474—70 на ГОСТ 13474—79; восьмой абзац изложить в новой редакции: «Чашки фарфоровые по ГОСТ 9147—80 или кварцевые по ГОСТ 19908—80 вместимостью 50 см^3 »; двенадцатый абзац. Исключить слова: «по ГОСТ 10691.1—73».

Раздел 1, пункт 2.2. Заменить слова: «угольные электроды» на «графитовые электроды».

Пункт 2.2. Заменить ссылки: ГОСТ 12072.5-71 — ГОСТ 12072.7-79 на ГОСТ 12072.5-79 — ГОСТ 12072.7-79.

(ИУС № 6 1984 г.)

† Изменение № 2 ГОСТ 17262.3—78 Кадмий. Метод спектрального определения содержания мышьяка, сурьмы и олова

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.06.89 и 1552

Дата введения 01.01.90

Наименование стандарта и вводная часть. Исключить слово: «содержания», «content».

Раздел 1. Заменить слова: «окиси кадмия» на «оксида кадмия»;

исключить ссылку: «по ГОСТ 13474—79».

Пункт 2.2. Заменить слова: «Длина волн должна быть равна» на «Используют аналитические линии».

(ИУС № 9 1989 г.)

Изменение № 3 ГОСТ 17262.3—78 Кадмий. Метод спектрального определения мышьяка, сурьмы и олова

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

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 1970

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

(Продолжение см. с. 10)

(Продолжение изменения № 3 к ГОСТ 17262.3—78)

Продолжение

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Узбекистан Украина	Узгосстандарт Госстандарт Украины

Раздел 1. Первый абзац после слов «средней дисперсии» дополнить словами: «или дифракционный»;

восьмой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 19908—80 на ГОСТ 19908—90;

десятый абзац изложить в новой редакции:

«Стандартный образец, приготовленный и аттестованный по ГОСТ 8.315—97 на основе оксида кадмия, с массовой долей олова, мышьяка и сурьмы не более 0,002 %»;

двенадцатый, тринадцатый абзацы изложить в новой редакции; дополнить абзацем и примечанием:

(Продолжение см. с. 11)

«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
калий бромистый по ГОСТ 4160—74	(1,00±0,01) г
натрий углекислый по ГОСТ 83—79	(20,0±0,1) г
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72	до 1000 см ³ .

(Продолжение см. с. 12)

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

П р и м е ч а н и е. Разрешается применять проявитель другого состава».

Пункт 2.2. Второй абзац. Исключить слова: «кварцевом средней дисперсии», «Фотопластинки типа I для длинноволновой области спектра и типа III для коротковолновой»;

третий абзац. Исключить слово: «следующих».

(ИУС № 4 1999 г.)