МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАДМИЙ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Химико-спектральный метод определения таллия

Chemical-spectral method of determination of thallium

ГОСТ 23116.5—78

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.79

Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральный метод определения таллия (при массовой доле таллия от $5 \cdot 10^{-6}$ % до $5 \cdot 10^{-4}$ %) в кадмии высокой чистоты.

Метод основан на предварительном экстракционном концентрировании трехвалентного таллия бутиловым эфиром уксусной кислоты из бромистоводородной среды и спектральном анализе полученного концентрата.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 23116.0.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

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

Генератор активизированной дуги переменного тока.

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

Спектропроектор типа ПС-18.

Станок для заточки угольных электродов.

Весы торсионные типа ВТ с погрешностью взвешивания не более 0,001 г.

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

Боксы из органического стекла.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Лампа инфракрасная с лабораторным автотрансформатором типа ПНО-250—2.

Чашки фторопластовые вместимостью 50—100 $см^3$.

Воронки делительные вместимостью 100—150 $см^3$.

Пипетки по ГОСТ 29227 вместимостью 1,2 и 10 $см^3$.

Колбы с градуированной горловиной по ГОСТ 12738.

Цилиндры мерные по ГОСТ 12738, вместимостью 5, 10 и 20 $см^3$.

Ступка с пестиком из органического стекла или из яшмы.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 дважды перегнанная в кварцевом аппарате или очищенная на ионизационной колонке.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125 и раствор 1:1.

Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062 и раствор с молярной концентрацией 1 моль/$дм^3$.

Бром по ГОСТ 4109.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

Бутиловый эфир уксусной кислоты по ГОСТ 22300.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463 или полученный из угольных электродов особой чистоты.

Натрий хлористый особой чистоты.

Кадмий марки Кд000 по ГОСТ 22860.

Таллий по ГОСТ 18337.

Коллектор графитовый, содержащий 2,0 % хлористого натрия, приготовленный путем накапывания раствора хлористого натрия на порошковый графит и высушивания под инфракрасной лампой.

Электроды угольные диаметром 6 мм с размером кратера 4 × 3 мм и контрэлектроды длиной 30—50 мм, один конец заточен на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5 мм.

Фотопластинки спектрографические типа П или типа ЭС.

Образцы сравнения. Основой для приготовления образцов служит порошковый графит. Основной образец, содержащий 0,03 % таллия, готовят накапыванием раствора таллия на порошковый графит и высушиванием его под инфракрасной лампой. Первый образец сравнения для построения градуировочного графика получают разбавлением основного в 10 раз разбавителем (разбавитель — порошковый графит, содержащий 0,5 % кадмия и 2,0 % хлористого натрия). Последовательным разбавлением каждого вновь полученного образца разбавителем в три раза готовят серию образцов сравнения с массовой долей таллия: $1 \cdot 10^{-4}$; $3 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-3}$; $3 \cdot 10^{-3}$; $1 \cdot 10^{-2}$ %.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Кусочек металлического кадмия массой 1,0 г выдерживают в растворе аммиака до полного растворения оксидной пленки, промывают дважды водой, переносят во фторопластовую чашку вместимостью 50 см^3 и растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Полученный раствор кипятят до удаления оксидов азота (до объема 5 см^3), добавляют 5 см^3 воды и еще раз выпаривают до 5 см^3. Затем в чашку вносят 5 см^3 воды, 5 см^3 концентрированной бромистоводородной кислоты и 1—2 капли брома. Смесь встряхивают в течение 2 мин, а затем оставляют на 2 мин для окисления одновалентного таллия до трехвалентного. Приготовленный раствор переносят в делительную воронку. Чашку обмывают 5 см^3 воды. Добавляют в делительную воронку 20 см^3 бутилацетата и встряхивают 2 мин. После расслаивания (2,0 мин) водный слой отбрасывают, а в органический добавляют 5 см^3 раствора бромистоводородной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм^3.

Полное расслаивание наступает через 3—4 мин. Органический слой переносят во фторопластовую чашку, туда же добавляют 50 мг графитового коллектора и высушивают под инфракрасной лампой. Полученный концентрат перемешивают и передают на спектральный анализ. Разложение пробы, окисление таллия и выпаривание концентрата следует проводить во фторопластовой посуде, чтобы исключить сорбцию таллия на стекле.

Для спектрографирования образцы сравнения и полученные концентраты по 20 мг помещают в кратеры угольных электродов. Спектры фотографируют на кварцевом спектрографе при силе тока 16 А на спектрографических фотопластинках типа П или ЭС. Время экспонирования 15 с. Ширина щели спектрографа 0,02—0,025 мм.

Обогащение проводят из двух навесок. Одновременно ведут контрольный опыт для проверки чистоты используемых реактивов.

На фотопластинку фотографируют образцы сравнения по три раза, а каждый полученный концентрат по два раза.

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернения линии таллия Tl I 276,7 нм и близлежащего фона справа от линии. Градуировочные графики строят в координатах $\Delta S - \lg C$, где $\Delta S = S_л - S_ф$; C — концентрация таллия в образцах сравнения.

По градуировочным графикам находят содержание таллия в концентрате ($C_к$). Для определения содержания таллия в пробе ($C_п$) необходимо полученный по графику результат разделить на 20:

$$C_{\text{п}} = \frac{C_{\text{к}} \cdot 50}{1000}.$$

Для построения градуировочных графиков допускается использовать полулогарифмическую бумагу.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений (каждое определение из двух спектрограмм).

Разность двух результатов параллельных определений с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения ($d_{\text{п}}$), вычисленного по формуле

$$d_{\text{п}} = 0{,}3\,\bar{x},$$

где $\bar{x}$ — среднеарифметическое двух сопоставимых результатов параллельных определений.

Разность двух результатов анализа одной и той же пробы с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения ($d_{\text{а}}$), вычисленного по формуле

$$d_{\text{а}} = 0{,}4\,\bar{y},$$

где $\bar{y}$ — среднеарифметическое двух сопоставимых результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16.05.78 № 1298

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 2062—77	2
ГОСТ 4109—79	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 11125—84	2
ГОСТ 12738—77	2
ГОСТ 14919—83	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 18337—95	2
ГОСТ 22300—76	2
ГОСТ 22860—93	2
ГОСТ 23116.0—83	1.1
ГОСТ 23463—79	2
ГОСТ 24147—80	2
ГОСТ 29227—91	2

4. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

5. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1983 г., декабре 1988 г. (ИУС 4—84, 3—89)

gost.e-ecolog.ru