МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ТАЛЛИЙ

## МЕТОД ХИМИКО-СПЕКТРАЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.873:546.811.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ТАЛЛИЙ

## Метод химико-спектрального определения олова

ГОСТ 20997.5—81*

Thallium.
Method of chemical-spectral determination of tin

ОКСТУ 1709

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 мая 1981 г. № 2589 срок введения установлен**

**с 01.07.82**

**Постановлением Госстандарта от 22.04.92 № 430 снято ограничение срока действия**

Настоящий стандарт устанавливает метод химико-спектрального определения олова в таллии при массовой доле олова от $3 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %.

Метод основан на предварительном экстракционном концентрировании олова в виде йодидного комплекса, осаждении его с гидроокисью индия и спектрографическом анализе окиси индия, полученной после прокаливания гидроокиси при температуре 350—400 °С.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20997.0—81.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 с решеткой 600 штрихов на 1 мм (первый порядок) с трехлинзовой системой освещения щели.

Генератор дуговой, приспособленный для поджига дуги постоянного тока высокочастотным разрядом.

Источник постоянного тока на 250—300 В и 30—50 А.

Микрофотометр любого типа, позволяющий измерять плотность почернения аналитических линий.

Спектропроектор типа ПС-18.

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

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

Лампа инфракрасная с лабораторным автотрансформатором типа РНО-250—2 или аналогичным.

Боксы из органического стекла.

Ступка из органического стекла с пестиком.

Посуда кварцевая и стеклянная.

Электроды графитовые особой чистоты диаметром 6 мм с размером кратера 4 × 4 мм.

Контрэлектроды графитовые особой чистоты диаметром 6 мм, заточенные на усеченный конус с площадкой диаметром 2 мм.

Индий по ГОСТ 10297—94 с массовой долей олова менее $5 \cdot 10^{-5}$ %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, перегнанная в кварцевом аппарате или очищенная на ионизационной колонке.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78, раствор 1:2.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, перегнанная в кварцевом аппарате или кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84.

**Издание официальное** **Перепечатка воспрещена**

** Издание (январь 2001 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1986 г., апреле 1992 г. (ИУС 2—87, 7—92)*

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 2001

Кислота хлорная.

Натрий йодистый по ГОСТ 8422—76 и растворы 1 и 0,05 М.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147—80.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76.

Фотопластинки «спектрографические» типа II.

Проявитель метол-гидрохиноновый.

Фиксаж кислый.

Раствор индия 10 %-ный: навеску индия массой 5,0 г растворяют в 12 $см^3$ азотной кислоты, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$.

Раствор олова 0,1 %-ный: навеску тонкоизмельченного олова массой 0,100 г растворяют в 2 $см^3$ азотной кислоты. После перехода всего олова в метаоловянную кислоту в стакан добавляют 20 $см^3$ воды и 4,0 г щавелевой кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Стакан несколько раз промывают водой до полного растворения щавелевой кислоты. Промывные воды сливают в ту же мерную колбу и доводят до метки водой.

Раствор А: 10 $см^3$ 0,1 %-ного раствора олова переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и разбавляют водой до метки.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг олова.

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и разбавляют до метки водой.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,01 мг олова.

Раствор В: 10 $см^3$ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и разбавляют до метки водой.

1 $см^3$ раствора В содержит 0,001 мг олова.

Стандартные растворы Б и В готовят в день употребления.

Образцы сравнения, с массовой долей олова $1 \cdot 10^{-4}$; $2 \cdot 10^{-4}$; $3 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-3}$; $3 \cdot 10^{-3}$ %; готовят одновременно с анализируемыми пробами.

Примечание. Допускается применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектра и других спектрографических приборов и установок, других материалов и реактивов при условии получения точностных характеристик не хуже установленных настоящим стандартом.

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

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску металлического таллия массой 3,0 г помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$ и растворяют при нагревании в 15 $см^3$ раствора серной кислоты (1:2). Стакан накрывают часовым стеклом. В последний момент растворения добавляют одну каплю азотной кислоты. Раствор охлаждают до температуры 50—60 °С, добавляют 30 $см^3$ воды и 25 $см^3$ 1 М раствора йодистого натрия при перемешивании. Раствор продолжают перемешивать еще 2,5—3,0 мин. Выпавший осадок йодида таллия оранжево-желтого цвета фильтруют через бумажный фильтр. Стакан и фильтр промывают 10 $см^3$ 0,05 М раствора йодистого натрия. Фильтрат и промывные воды соединяют в делительной воронке вместимостью 200 $см^3$, нагревают до температуры 35—40 °С, добавляют 10 $см^3$ хлорной кислоты, 30 г йодистого натрия и тщательно перемешивают. Добавляют 10 $см^3$ бензола и встряхивают в течение 1 мин. После расслоения водный слой отбрасывают, а верхний органический через горло воронки переносят в чашку, в которую добавляют 2 $см^3$ бензола после промывки делительной воронки.

В эту же чашку вносят 1 $см^3$ раствора индия. Бензол выпаривают при температуре 40 °С (30—40 мин), а концентрат олова соосаждают с гидроокисью индия, для чего к раствору азотнокислого индия добавляют по каплям при перемешивании стеклянной палочкой 20 капель аммиака до сильного запаха. Полученную гидроокись подсушивают под лампой, на электроплитке, а затем прокаливают в муфельной печи при температуре 350—400 °С в течение 30 мин. После прокаливания полученную окись индия измельчают кварцевым пестиком до мелкой крупки и передают на спектрографический анализ.

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

Параллельно с анализируемыми пробами к спектрографированию готовят образцы сравнения. Для этого в пять стаканов вместимостью по 100 $см^3$ помещают массой по 0,2—0,5 г навески таллия, содержащего олова менее $1 \cdot 10^{-5}$ %. В стаканы накапывают соответственно 0,1; 0,2; 0,3; 1,0 и 3,0 $см^3$ раствора В, что в расчете на 100 мг индия соответствует $1 \cdot 10^{-4}$; $2 \cdot 10^{-4}$; $3 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-3}$ и $3 \cdot 10^{-3}$ %

олова в концентрате. В каждый стакан добавляют по 1 см$^3$ раствора серной кислоты (1:2) и под часовым стеклом содержимое стакана переводят в раствор. В последний момент растворения добавляют по одной капле азотной кислоты и далее анализ ведут, как при подготовке проб.

3.2. Полученные концентраты образцов сравнения контрольного опыта и проб по 45 мг помещают в кратеры графитовых электродов (анодов) диаметром и глубиной по 4 мм и сжигают в дуге постоянного тока силой 15 А в течение 3 мин (до выгорания). Спектры фотографируют при помощи дифракционного спектрографа типа ДФС-8 на фотопластинках типа II; ширина щели спектрографа 0,020 мм, расстояние между электродами от 2,5 до 3,0 мм должно сохраняться в течение всей экспозиции. На каждую фотопластинку фотографируют спектры концентратов образцов сравнения по два раза, а спектры концентратов проб и контрольных опытов по четыре раза

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

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4 1. На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернение линий олова с длиной волны 283,99 нм и близлежащего фона Градуировочные графики строят в координатах $\Delta S - \lg C$, где $\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф}$, $C$ — массовая доля олова в образцах сравнения в процентах

По градуировочным графикам находят массовую долю олова в концентрате пробы ($C$) и контрольного опыта ($C_1$)

Массовую долю олова в пробе ($X$) в процентах определяют по формуле

$$X = \frac{C - C_1 \quad 100}{m},$$

где 100 — масса полученного концентрата, мг,

$m$ — масса навески пробы таллия, взятого на анализ, мг

Для построения градуировочного графика допускается использовать полулогарифмическую бумагу

Относительное среднее квадратическое отклонение сходимости результатов параллельных определений не превышает 0,15

4 2. Расхождения результатов четырех параллельных определений ($d$), а также расхождения результатов двух анализов ($D$) не должны превышать значений, указанных в таблице ($P = 0{,}95$)

| Массовая доля олова, % | Расхождение четырех результатов параллельных определений, % | Расхождение результатов двух анализов, % |
|---|---|---|
| $3\,10^{-6}$ | $1{,}5\,10^{-6}$ | $2\,10^{-6}$ |
| $6\,10^{-6}$ | $3\,10^{-6}$ | $4\,10^{-6}$ |
| $1\,10^{-5}$ | $5\,10^{-6}$ | $6\,10^{-6}$ |
| $2\,10^{-5}$ | $7\,10^{-6}$ | $9\,10^{-6}$ |
| $4\,10^{-5}$ | $2\,10^{-5}$ | $2\,10^{-5}$ |
| $8\,10^{-5}$ | $3\,10^{-5}$ | $4\,10^{-5}$ |
| $1\,10^{-4}$ | $4\,10^{-5}$ | $5\,10^{-5}$ |

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей рассчитывают методом линейной интерполяции.

Редактор *М И Максимова*
Технический редактор *Н С Гришанова*
Корректор *Р А Ментова*
Компьютерная верстка *Л А Круговой*

Изд лиц № 02354 от 14 07 2000 Сдано в набор 31 01 2001 Подписано в печать 22 02 2001 Усл печ л 0,47
Уч -изд л 0,43 Тираж 124 экз С 387 Зак 197

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru