МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТАЛЛИЙ

МЕТОД СПЕКТРАЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ И ЦИНКА

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.873:543.42:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТАЛЛИЙ

Метод спектрального определения кадмия и цинка

Thallium.
Method of spectral determination of cadmium and zink

ОКСТУ 1709

ГОСТ
20997.3—81*
Взамен
ГОСТ 20997.3—75

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 спектрального определения кадмия и цинка в таллии марок Т10 и Т11 по ГОСТ 18337—95 при массовой доле кадмия от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ % и цинка от $3 \cdot 10^{-4}$ до $4 \cdot 10^{-3}$ %.

Определение массовой доли кадмия и цинка в таллии проводят по методу «трех эталонов» с испарением пробы из кратера графитового электрода в дуге переменного тока силой 12 А. Перед анализом пробу переводят в соль растворением в азотной кислоте и прокаливанием на электроплитке.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии любого типа с трехлинзовой системой освещения щели, позволяющий за одну экспозицию получить спектр от 220,0 до 340,0 нм, с трехступенчатым ослабителем.

Генератор дуги переменного тока.

Микрофотометр любого типа, позволяющий измерять плотность почернения аналитических линий.

Спектропроектор типа ПС-18.

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

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

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

Электроплитка.

Ступка яшмовая или из оргстекла с пестиком.

Электроды угольные марки С-3 диаметром 6 мм с размером кратера 4 × 8 мм.

Контрэлектроды угольные, заточенные на усеченный конус с площадкой диаметром 2 мм.

Фотопластинки «спектрографические» типов II, I (или диапозитивные).

Посуда кварцевая (чашки, стаканы).

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х.ч. 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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
Кадмия окись по ГОСТ 11120—75 или кадмий по ГОСТ 1467—93.
Таллий марки Т100 или Т1000 по ГОСТ 18337—95.
Цинк по ГОСТ 3640—94.
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.
Образцы сравнения.
Раствор цинка и кадмия азотнокислый, содержащий по 10 мг/см^3 цинка и кадмия.
Приготовление раствора приведено в приложении ГОСТ 20997.2—81.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Основой для приготовления образцов сравнения служит смесь, состоящая из оксида и нитрата таллия, полученная из таллия марки Т100 или Т1000: металлический таллий переносят в кварцевую чашку и растворяют в азотной кислоте при слабом нагревании. Полученный раствор выпаривают под инфракрасной лампой или на электроплитке до образования солей. Образующиеся белые кристаллы азотнокислого таллия при дальнейшем нагревании на электроплитке расплавляются и происходит бурное выделение окислов азота, по прекращению которого расплав охлаждают. При охлаждении расплав затвердевает в стеклообразную массу, которую растирают в ступке. Головной образец с массовой долей кадмия и цинка по 1 % (в расчете на металл) готовят накапыванием в основу, полученную после растворения 5 г таллия, 5 см^3 раствора кадмия и цинка, приготовленного растворением металлов в азотной кислоте. Допускается примеси вводить в виде оксидов кадмия и цинка. Полученный образец просушивают, перетирают в ступке и тщательно анализируют полярографическим или атомно-абсорбционным методом. Последовательным разбавлением головного и каждого вновь приготовленного образца основой получают серию образцов сравнения с массовой долей кадмия и цинка: $1 \cdot 10^{-4}$, $3 \cdot 10^{-4}$, $9 \cdot 10^{-4}$, $2 \cdot 10^{-3}$, $5 \cdot 10^{-3}$ %. Образцы сравнения должны быть аттестованы в соответствии с нормативно-технической документацией. Хранят образцы и основу в бюксах или баночках с завинчивающимися крышками. Срок хранения 1 г.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Пробу металлического таллия массой 1,0—1,5 г переводят в соль, как описано в разд. 3.

4.2. Навеску пробы и образцов сравнения массой 100 мг помещают в кратер нижнего графитового электрода глубиной 8 мм и диаметром 4 мм. Между вертикально установленными электродами зажигается дуга переменного тока силой 12 А. Спектры проб и образцов сравнения фотографируют при помощи кварцевого призменного спектрографа средней дисперсии с трехлинзовой системой освещения щели. Ширина щели спектрографа 0,015 мм, перед щелью устанавливают трехступенчатый ослабитель. Время экспозиции 50 с. Расстояние между электродами 3,0—3,5 мм. В кассету заряжают две фотопластинки: в короткую область — типа II, в длинную — типа I или диапозитивную.

Спектры образцов сравнения и каждой пробы фотографируют на одной и той же фотопластинке по три раза.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернения аналитических линий кадмия CdI 228,8 нм, ZnI 334,5 нм и близлежащего фона. Градуировочные графики строят в координатах ΔS—$\lg C$, где $\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф}$; C — массовая доля определяемого элемента в образцах сравнения, %.

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

Наименование элемента	Массовая доля элемента, %	Расхождение двух результатов параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
Кадмий	$1 \cdot 10^{-4}$ $2 \cdot 10^{-4}$ $4 \cdot 10^{-4}$ $8 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $2 \cdot 10^{-3}$ $5 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-5}$ $6 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $3 \cdot 10^{-4}$ $3 \cdot 10^{-4}$ $6 \cdot 10^{-4}$ $1{,}5 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10—5$ $8 \cdot 10^{-5}$ $2 \cdot 10^{-4}$ $4 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-4}$ $8 \cdot 10^{-4}$ $3 \cdot 10^{-3}$
Цинк	$3 \cdot 10^{-4}$ $6 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $2 \cdot 10^{-3}$ $4 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-4}$ $2 \cdot 10^{-4}$ $3 \cdot 10^{-4}$ $6 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$	$1{,}5 \cdot 10^{-4}$ $3 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-4}$ $8 \cdot 10^{-4}$ $2 \cdot 10^{-3}$

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей рассчитывают методом линейной интерполяции, или по формулам:

$$d = 0{,}3\bar{x};\ D = 0{,}36\bar{y},$$

где $\bar{x}$ — среднее арифметическое результатов параллельных определений;
$\bar{y}$ — среднее арифметическое результатов двух анализов.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 31.01.2001. Подписано в печать 19.02.2001. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,35.
Тираж 124 экз. С 277. Зак. 167.

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