МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТАЛЛИЙ

МЕТОД СПЕКТРАЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ, ЖЕЛЕЗА, МЕДИ, НИКЕЛЯ, ОЛОВА, СЕРЕБРА И СВИНЦА

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 алюминия, железа, меди, никеля, олова, серебра и свинца

Thallium.
Method of spectral determination of aluminium, iron, copper, nickel, tin, silver and lead

ГОСТ 20997.2—81*

Взамен ГОСТ 20997.2—75

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 спектрального определения железа, алюминия, меди, никеля, олова, серебра и свинца в таллии при массовой доле их в процентах:

алюминия от $8 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}$

железа от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}$

меди от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}$

никеля от $2 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-3}$

олова от $8 \cdot 10^{-5}$ до $8 \cdot 10^{-4}$

серебра от $5 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-4}$

свинца от $2 \cdot 10^{-4}$ до $3 \cdot 10^{-2}$.

Определение массовой доли алюминия, железа, меди, никеля, олова, серебра и свинца в таллии проводят по методу «трех эталонов» с испарением пробы из кратера угольного электрода в дуге постоянного тока. Перед анализом пробу переводят в соль растворением в азотной кислоте и прокаливанием на электроплитке.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 (первый порядок) с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем и решеткой 600 штр/мм.

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

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

Микрофотометр любого типа, позволяющий измерять плотность почернения аналитических линий.

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

Спектропроектор типа ПС-18.

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

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

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

Электрическая плитка.

Ступка из органического стекла с пестиком.

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

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

Порошок графитовый особой чистоты по ГОСТ 23463—79.

Фотопластинки «спектрографические» типов I и II размером 13 × 18 см.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Таллий марки Т100 или Т1000 по ГОСТ 18337—95.

Алюминий по ГОСТ 11069—74.

Железо карбонильное радиотехническое — по ГОСТ 13610—79.

Медь по ГОСТ 859—78.

Никель по ГОСТ 849—97.

Олово по ГОСТ 860—75.

Серебро по ГОСТ 6836—80.

Свинец по ГОСТ 3778—98.

Стандартные растворы азотнокислые или солянокислые, содержащие по 10 мг алюминия, железа, меди, никеля, олова, серебра и свинца в 1 $см^3$. Для приготовления растворов используют металлы с массовой долей основного вещества не менее 99,99 %.

Методы приготовления растворов приведены в приложении.

Образцы сравнения.

Посуда кварцевая (чашки, стаканы).

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. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Основой для приготовления образцов сравнения служит смесь, состоящая из окиси и нитрата таллия, полученная из таллия марки Т100 или Т1000: металлический таллий помещают 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 расплавляют 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 алюминия, железа, олова и серебра по 0,3 % и массовой долей меди, никеля и свинца по 1,0 % (в расчете на металл) готовят накапыванием в основу, полученную после растворения 5 г таллия, по 1,5 $см^3$ растворов алюминия, железа, олова и серебра и по 5 $см^3$ растворов меди, никеля и свинца. При введении растворов следят за тем, чтобы раствор, пропитывающий основу, не доходил до стенок и дна чашки. Поэтому по мере введения растворов примесей, основу подсушивают под лампой. Полученный головной образец высушивают на электроплитке, перетирают в ступке и тщательно анализируют атомно-абсорбционным или химическими методами. Затем методом последовательного разбавления головного образца и каждого вновь приготовленного основой готовят серию рабочих образцов сравнения с массовой долей алюминия, железа, олова и серебра: $5 \cdot 10^{-5}$, $1 \cdot 10^{-4}$, $3 \cdot 10^{-4}$, $1 \cdot 10^{-3}$, $3 \cdot 10^{-3}$ % и массовой долей меди, никеля и свинца: $1{,}65 \cdot 10^{-4}$; $3{,}3 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-3}$; $3{,}3 \cdot 10^{-3}$; $1 \cdot 10^{-2}$; $3{,}3 \cdot 10^{-2}$ %.

Образцы сравнения должны быть аттестованы в соответствии с нормативно-технической документацией. Хранят образцы и основу в бюксах или банках с завинчивающимися крышками. Срок хранения 1 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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

4.2. Подготовленные пробы и образцы сравнения смешивают с порошком графитовым в соотношении 3:1 и набивают в кратер графитового электрода-анода диаметром и глубиной (4±0,1) мм. Электроды предварительно обжигают в дуге постоянного тока силой 10 А в течение 10 с.

Источником возбуждения служит дуга постоянного тока силой 15 А между вертикально установленными электродами.

Спектры проб и образцов сравнения фотографируют при помощи дифракционного спектрографа типа ДФС-8. Система освещения щели трехлинзовая. Ширина щели спектрографа 0,015 мм; перед щелью устанавливают трехступенчатый платиновый ослабитель. Время экспозиции 60 с. Расстояние между электродами 3,0—3,5 мм. В кассету спектрографа заряжают фотопластинки типа I для определения массовой доли меди и серебра и типа II для определения массовой доли алюминия, железа, никеля, олова и свинца.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

По градуировочным графикам находят массовую долю определяемых элементов в пробе.

Фотометрируют следующие аналитические линии (длины волн в нм):

алюминий — Al I 308,21;

железо — Fe I 302,05;

медь — Cu I 327,39;

никель — Ni I 305,08;

олово — Sn I 283,99 или Sn I 317,50;

серебро — Ag I 328,07;

свинец — Pb I 283,31.

При анализе таллия марки TlI (массовая доля цинка и кадмия $1—5 \cdot 10^{-3}$ %) при указанных условиях анализа разрешается определять массовую долю цинка и кадмия, используя аналитические линии (длины волн в нм):

цинк — Zn I 334,50;

кадмий — Cd I 326,1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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, %
Алюминий	$8 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$
	$1 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$
	$2 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-5}$	$8 \cdot 10^{-5}$
	$4 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$
	$1 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$
Железо	$8 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$
	$1 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$
	$2 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-5}$	$8 \cdot 10^{-5}$
	$4 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$
	$8 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$
	$1 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^{-4}$
	$2 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-4}$

Окончание таблицы

Наименование элемента	Массовая доля элемента, %	Расхождение двух результатов параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
Медь	$2\ 10^{-4}$	$6\ 10^{-5}$	$8\ 10^{-5}$
	$4\ 10^{-4}$	$1\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-4}$
	$8\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-4}$	$3\ 10^{-4}$
	$1\ 10^{-3}$	$3\ 10^{-4}$	$5\ 10^{-4}$
	$2\ 10^{-3}$	$5\ 10^{-4}$	$8\ 10^{-4}$
	$5\ 10^{-3}$	$6\ 10^{-4}$	$1\ 10^{-3}$
Никель	$2\ 10^{-4}$	$6\ 10^{-5}$	$8\ 10^{-5}$
	$4\ 10^{-4}$	$1\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-4}$
	$1\ 10^{-3}$	$2\ 10^{-4}$	$3\ 10^{-4}$
	$2\ 10^{-3}$	$3\ 10^{-4}$	$5\ 10^{-4}$
Олово	$8\ 10^{-5}$	$2\ 10^{-5}$	$3\ 10^{-5}$
	$1\ 10^{-4}$	$3\ 10^{-5}$	$5\ 10^{-5}$
	$2\ 10^{-4}$	$5\ 10^{-5}$	$8\ 10^{-5}$
	$4\ 10^{-4}$	$1\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-4}$
	$8\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-4}$	$3\ 10^{-4}$
Серебро	$5\ 10^{-5}$	$1\ 10^{-5}$	$2\ 10^{-5}$
	$1\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-5}$	$3\ 10^{-5}$
	$2\ 10^{-4}$	$5\ 10^{-5}$	$8\ 10^{-5}$
	$5\ 10^{-4}$	$1\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-4}$
Свинец	$2\ 10^{-4}$	$6\ 10^{-5}$	$8\ 10^{-5}$
	$4\ 10^{-4}$	$1\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-4}$
	$1\ 10^{-3}$	$3\ 10^{-4}$	$5\ 10^{-4}$
	$2\ 10^{-3}$	$5\ 10^{-4}$	$8\ 10^{-4}$
	$4\ 10^{-3}$	$8\ 10^{-4}$	$1\ 10^{-3}$
	$1\ 10^{-2}$	$2\ 10^{-3}$	$3\ 10^{-3}$
	$3\ 10^{-2}$	$5\ 10^{-3}$	$8\ 10^{-3}$

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей рассчитывают методом линейной интерполяции

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ
растворов, применяемых при изготовлении образцов-смесей для построения градуировочного графика

Для приготовления растворов используют металлы с массовои долей основного вещества не менее 99,9—99,99 %

алюминий по ГОСТ 11069—74,
железо восстановленное,
висмут по ГОСТ 10928—90,
индий по ГОСТ 10297—94,
кадмий по ГОСТ 1467—93,
марганец по ГОСТ 6008—90,
медь по ГОСТ 859—78,
никель по ГОСТ 849—97,
олово по ГОСТ 860—75,
серебро по ГОСТ 6836—80,
свинец по ГОСТ 3778—98,
цинк по ГОСТ 3640—94

Стандартный раствор алюминия. 1,000 г алюминия в виде фольги, проволоки помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании в 60 см^3 раствора азотной кислоты 1:3. При необходимости раствор азотной кислоты добавляют до полного растворения навески. Раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают и количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой.

1 см^3 раствора содержит 10 мг алюминия.

Стандартный раствор железа. 1,000 г металлического железа, восстановленного водородом, помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании в 15 см^3 раствора азотной кислоты 1:1. Раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают и количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой.

1 см^3 раствора содержит 10 мг железа.

Стандартный раствор индия. 0,200 г индия помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 10 см^3 азотной кислоты. Доводят до кипения, охлаждают и количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой.

1 см^3 раствора содержит 2 мг индия.

Стандартные растворы кадмия. 1,000 г кадмия помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты 1:1. Доводят до кипения, охлаждают и количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой.

1 см^3 раствора А содержит 10 мг кадмия.

10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят до метки водой.

1 см^3 раствора Б содержит 2 мг кадмия.

Стандартный раствор марганца. 0,200 г марганца помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты 1:1. Раствор доводят до кипения, охлаждают и количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой.

1 см^3 раствора содержит 2 мг марганца.

Стандартные растворы меди (никеля). 1,000 г меди (никеля) в виде стружки, проволоки или опилок помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании в 20 см^3 раствора азотной кислоты 1:1. Раствор доводят до кипения, охлаждают и количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой.

1 см^3 раствора А содержит 10 мг меди (никеля).

10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят до метки водой.

1 см^3 раствора Б содержит 2 мг меди (никеля).

Стандартный раствор олова. 1,000 г олова в виде опилок или тонкой стружки помещают во фторопластовый стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 10 см^3 смеси азотной, фтористоводородной кислот и воды (3:2:5 см^3) при нагревании. Раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и переливают в полиэтиленовую посуду.

1 см^3 раствора содержит 10 мг олова.

Стандартные растворы серебра. 1,000 г серебра помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 20 см^3 раствора азотной кислоты 1:1 при нагревании. Раствор доводят до кипения, охлаждают, добавляют 100 мг азотнокислой закисной ртути (по ГОСТ 4520—78), 10 см^3 азотной кислоты и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой.

1 см^3 раствора А содержит 10 мг серебра.

10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят до метки водой.

1 см^3 раствора Б содержит 2 мг серебра.

Стандартный раствор свинца. 1,000 г свинца в виде опилок или кусочков помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании и 20—25 см^3 раствора азотной кислоты 1:2. Раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой.

1 см^3 раствора содержит 10 мг свинца.

Стандартный раствор цинка. 1,000 г цинка помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании в 20 см^3 раствора азотной кислоты 1:2. Раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой.

1 см^3 раствора содержит 10 мг цинка.

Стандартный раствор висмута. 0,200 г висмута помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 раствора азотной кислоты 1:1. Раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, добавляют 5 см^3 азотной кислоты и количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой.

1 см^3 раствора содержит 2 мг висмута.

Описанные растворы (кроме олова) хранят в мерных стеклянных колбах с пробками в течение 1 года. Раствор олова хранят в полиэтиленовой (или аналогичной) посуде в течение 1 месяца.

(Введено дополнительно, Изм. № 1).

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

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 31.01.2001. Подписано в печать 19.02.2001. Усл. печ. л. 0,93
Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 124 экз. С 275. Зак. 164.

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