МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТАЛЛИЙ

МЕТОД СПЕКТРАЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ РТУТИ

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.873:546.49.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТАЛЛИЙ

Метод спектрального определения ртути

Thallium.
Method of spectral determination of mercury

ГОСТ 20997.1—81*
Взамен
ГОСТ 20997.1—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 ртути в таллии при массовой доле ртути от $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}$ %.

Определение массовой доли ртути в таллии проводят по методу «трех эталонов» с испарением ртути из кратера графитового электрода в дуге переменного тока.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 или спектрограф типа СТЭ-1.

Генератор дуги переменного тока.

Спектропроектор типа ПС-18.

Микрофотометр любого типа, позволяющий измерять плотность почернения аналитических линий.

Ослабители трех- и девятиступенчатые.

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

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

Электроды графитовые марки С-2, С-3 диаметром 6 мм с размером кратера 4 × 10 мм.

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

Фотопластинки «спектрографические» типа II.

Ртуть металлическая по ГОСТ 4658—73.

Таллий металлический с содержанием ртути менее $1 \cdot 10^{-6}$ %.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328—77, х.ч.

Образцы сравнения.

Тигли никелевые.

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

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

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

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Основой для приготовления образцов для построения градуировочного графика служит металлический таллий с массовой долей ртути менее $1 \cdot 10^{-6}$ %. Готовят головной образец с массовой долей ртути 0,1 %: в предварительно взвешенный на аналитических весах стеклянный капилляр с внутренним диаметром 0,1 мм набирают рассчитанную массу навески ртути и выдувают ее на пластинку металлического таллия. В никелевый тигель помещают небольшое количество гидроокиси натрия; расплавляют при температуре 320—340 °С и в полученный расплав опускают приготовленные навески ртути (10 мг) и таллия (10 г). Расплав тщательно перемешивают, выливают в фарфоровую чашку, охлаждают и помещают в проточную воду для растворения щелочи. Полученный сплав таллия и ртути переносят в стеклянную бюксу и хранят под слоем дистиллированной воды для предотвращения окисления таллия. Головной образец тщательно анализируют колориметрическим методом. Методом последовательного разбавления головного образца и каждого вновь сплавленного основой получают серию рабочих образцов сравнения с массовой долей ртути в процентах: $1 \cdot 10^{-5}$; $2 \cdot 10^{-5}$; $6 \cdot 10^{-5}$; $1{,}2 \cdot 10^{-4}$; $4 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-3}$.

Образцы сравнения должны быть аттестованы в соответствии с нормативно-технической документацией. Хранят образцы в бюксах под слоем дистиллированной воды. Срок хранения 1 г.

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

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Определение ртути проводят на кварцевом спектрографе средней дисперсии или СТЭ-1 с трехлинзовой системой освещения щели. Ширина щели спектрографа 0,020 мм. Массу навески анализируемой пробы или образца сравнения (250 мг) в виде металлических опилок помещают в кратер графитового электрода глубиной 10 мм и диаметром 4 мм и уплотняют набивалкой из органического стекла. Между вертикально установленными электродами зажигают дугу переменного тока силой 15 А. Время экспозиции 20 с, расстояние между электродами 2,5—3,0 мм.

Спектры проб и образцов сравнения фотографируют по три раза на одной и той же фотопластинке через трехступенчатый ослабитель. Для построения характеристической кривой фотопластинки через девятиступенчатый ослабитель фотографируют спектр железа.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернения аналитической линии ртути Hg I 253,652 нм и близлежащего фона (справа от линии). По измеренным значениям, пользуясь характеристической кривой, определяют логарифмы интенсивности линии и фона $\lg (I_л + I_ф)$ и логарифмы интенсивности фона $\lg I_ф$. Затем находят $I_л = (I_л + I_ф) - I_ф$. Градуировочные графики строят, откладывая на оси ординат значения логарифма интенсивности линии ртути ($\lg I_л$), на оси абсцисс — логарифма массовых долей ртути ($\lg C$). По градуировочным графикам находят массовую долю ртути в таллии. Допускается пользоваться таблицами, приведенными в ГОСТ 13637.1—93.

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

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

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

$$d = 0{,}28\bar{x}; \; D = 0{,}36\bar{y},$$

где $\bar{x}$ — среднее арифметическое результатов параллельных определений;

$\bar{y}$ — среднее арифметическое результатов двух анализов.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 31.01.2001. Подписано в печать 20.02.2001. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,35.
Тираж 124 экз. С 309. Зак. 177.

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