ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

ХИМИКО-СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТАЛЛИЯ

ГОСТ 12645.9—83

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.872 : 543.42 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

Химико-спектральный метод определения таллия

ГОСТ 12645.9—83

Indium.
Chemical spectral method for determination of thallium

ОКП 17 2161 ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.84

Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральный метод определения таллия в индии марок Ин000, Ин000у при массовой доле таллия от $7 \cdot 10^{-6}$ до $2 \cdot 10^{-4}$ %.

Метод основан на предварительном экстракционном отделении трехвалентного таллия изобутиловым эфиром уксусной кислоты из бромистоводородной среды и спектрографическом анализе полученного концентрата.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 12645.0 и ГОСТ 22306.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

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

Генератор активизированной дуги переменного тока.

Источник постоянного тока, обеспечивающий напряжение не менее 200 В и силу тока не менее 20 А.

Микрофотометр, предназначенный для измерения почернений спектральных линий.

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

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

Спектропроектор типа ПС-18.

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

Ступка из органического стекла с пестиком.

Посуда фторопластовая (стаканы, чашки).

Посуда кварцевая (воронки делительные, чашки) по ГОСТ 19908.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Эфир изобутиловый уксусной кислоты по ГОСТ 22300.

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

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062, растворы c (HBr) = 1 и 7 моль/дм^3. Концентрацию кислоты устанавливают титрованием раствором гидроксида натрия.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор c (NaOH) = 1 моль/дм^3.

Спирт этиловый технический ректификованный по ГОСТ 18300.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1983
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

Натрий хлористый марки ОС.Ч.

Индия оксид, полученный из индия марки Ин00 по ГОСТ 10297.

Бром по ГОСТ 4109.

Таллий по ГОСТ 18337.

Электроды из графитовых стержней марки С-2 или В-3 диаметром 6 мм с глубиной кратера 3 мм и диаметром отверстия 4 мм.

Порошок графитовый, полученный из графитовых стержней марки С-2 или В-3.

Фотопластинки спектрографические типа ПФС-02 или НТ-2СВ.

Примечание. Допускается применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектров и других спектральных приборов, других реактивов и материалов, обеспечивающих получение показателей точности, не уступающих регламентированным настоящим стандартом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Раствор таллия: 0,150 г металлического таллия растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты при слабом нагревании, раствор доводят до кипения, охлаждают, переносят количественно в колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора содержит 1,5 мг таллия.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Образцы сравнения. Основой для приготовления образцов сравнения служит графитовый порошок, содержащий 2 % оксида индия и 2 % хлористого натрия.

Для приготовления основного образца сравнения, содержащего 0,03 % таллия, во фторопластовую чашку помещают 5,0 г графитового порошка и капают 1 $см^3$ раствора таллия. При введении раствора следят за тем, чтобы раствор, пропитывающий основу, не попадал на стенки и дно чашки. Для этого по мере введения раствора графитовый порошок подсушивают под лампой. Для удаления паров азотной кислоты смесь прокаливают в муфеле в течение 30 мин при температуре (300 ± 20) °С.

Полученную смесь тщательно перемешивают в ступке в течение 60 мин. Разбавлением основного и вновь приготовленных образцов основой получают серию рабочих образцов сравнения в соответствии с таблицей.

Номер образца сравнения	Массовая доля таллия в образце, %	Количество разбавляемого образца	Количество основы, необходимое для разбавления
Основной образец	$3 \cdot 10^{-2}$	—	—
1	$3 \cdot 10^{-3}$	1,000 основного образца	9,000
2	$1 \cdot 10^{-3}$	2,500 образца № 1	5,000
3	$3 \cdot 10^{-4}$	0,600 » № 1	5,400
4	$1 \cdot 10^{-4}$	1,000 » № 2	9,000
5	$5 \cdot 10^{-5}$	3,000 » № 4	3,000

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Буферная смесь: в графитовый порошок вводят 2 % хлористого натрия, время перемешивания — 60 мин.

3.4. Образцы сравнения, основу и буферную смесь хранят в бюксах или плотно закрывающихся баночках.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску индия массой 0,5 г помещают во фторопластовый стакан или чашку вместимостью 50 $см^3$ и растворяют в 4 $см^3$ раствора бромистоводородной кислоты c (HBr) = 7 моль/$дм^3$ при нагревании под инфракрасной лампой. К охлажденному раствору приливают две капли брома и

20 см^3 воды, встряхивают в течение 2 мин и оставляют на 2 мин для окисления одновалентного таллия до трехвалентного.

Приготовленный раствор переносят в делительную воронку, добавляют 15 см^3 изобутилового эфира уксусной кислоты и встряхивают 2 мин. После расслаивания водный слой отбрасывают, а органический промывают 5 см^3 раствора бромистоводородной кислоты c (HBr) = 1 моль/дм^3. При промывании встряхивание не должно быть сильным. Экстракт сливают во фторопластовую чашку, туда же помещают 50 мг буферной смеси и высушивают под инфракрасной лампой. Разложение пробы, окисление таллия и выпаривание концентрата следует проводить во фторопластовой посуде, чтобы исключить сорбцию таллия на стекле. Обогащение проводят в трех навесках. Одновременно ведут контрольный опыт с реактивами для внесения в результат анализа соответствующей поправки.

4.2. Образцы сравнения и полученный концентрат по 20 мг помещают в кратеры графитовых электродов. Спектры фотографируют на кварцевом спектрографе в дуге переменного или постоянного тока силой 15 А на фотопластинках типа ПФС-02, ПФС-03, НТ-2СВ. Экспозиция 15 с. Ширина щели спектрографа 0,0020—0,025 мм.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернения линии таллия 276,7 нм и близлежащего фона справа от линии. Градуировочные графики строят в координатах $\Delta S - \lg C$, где $\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф}$, (л — линия, ф — фон, C — массовая доля таллия в образцах сравнения).

Массовую долю таллия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C_к \cdot m}{m_1},$$

где m — масса концентрата, мг;

m_1 — масса навески исходной пробы, мг;

$C_к$ — массовая доля таллия, найденная по градуировочному графику, за вычетом контрольного опыта, %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Воспроизводимость результатов анализа одной и той же пробы характеризуется относительным средним квадратическим отклонением, составляющим 0,10.

Сходимость результатов параллельных определений характеризуется относительным средним квадратическим отклонением, составляющим 0,10.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, полученных на одной пластинке (каждое параллельное определение из двух спектрограмм).

Разность между наибольшим и наименьшим из трех результатов параллельных определений с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения, рассчитанного по формуле

$$d = 0{,}33\overline{X}_п,$$

где $\overline{X}_п$ — среднее арифметическое трех сопоставляемых результатов параллельных определений.

Разность между бо́льшим и меньшим из двух результатов анализа одной и той же пробы с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения $d_а$, рассчитанного по формуле $d_а = 0{,}3\,\bar{x}_а$, где $\bar{x}_а$ — среднее арифметическое двух сопоставляемых результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Л.К. Ларина (руководитель темы)

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 03.02.83 № 623

Изменение № 2 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.03.94 (отчет Технического секретариата № 1)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Азербайджан	Азгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 2062—77	Разд. 2
ГОСТ 4109—79	»
ГОСТ 4328—77	»
ГОСТ 4461—77	»
ГОСТ 6709—72	»
ГОСТ 10297—94	»
ГОСТ 11125—84	»
ГОСТ 12645.0—83	1.1
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 18337—80	»
ГОСТ 19908—90	»
ГОСТ 22300—76	Разд. 2
ГОСТ 22306—77	1.1

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

5. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (март 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1987 г., июне 1996 г. (ИУС 3—88, 9—96)

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 26.07.98. Подписано в печать 07.04.98. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,50.
Тираж 118 экз. С374. Зак. 264.

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

gost.e-ecolog.ru