

КАДМИЙ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Химико-спектральный метод определения таллия

Chemical-spectral method of determination
of thalliumГОСТ
23116.5—78

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 мая 1978 г. № 1298 срок действия установлен

с 01.07.1979 г.

до 01.07.1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральный метод определения таллия (при массовой доле таллия от $5 \cdot 10^{-6}$ до $5 \cdot 10^{-4} \%$) в кадмии высокой чистоты.

Метод основан на предварительном экстракционном концентрировании трехвалентного таллия бутиловым эфиром уксусной кислоты из бромистоводородной среды и спектральном анализе полученного концентрата.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22306—77.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

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

Генератор активизированной дуги переменного тока.

Микрофотометр нерегистрирующий, предназначенный для измерения почернений спектральных линий (комплектная установка).

Спектропроектор типа ПС-18.

Станок для заточки угольных электродов.

Весы торсионные типа ВТ.

Весы лабораторные.

Боксы из органического стекла.

Плитка электрическая по ГОСТ 306—76.

Лампа инфракрасная с лабораторным автотрансформатором.

Чашки фторопластовые вместимостью 50—100 мл.

Воронки делительные вместимостью 100—150 мл.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1,2 и 10 мл.

Колбы с градуированной горловиной по ГОСТ 1770—74.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 5, 10 и 20 мл.

Ступка с пестиком из органического стекла или из яшмы.

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

Кислота азотная марки ОСЧ 19—4 и раствор, разбавленный 1:1.

Аммиак марки ОСЧ 17—4.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—67 и 1 н. раствор.

Бром по ГОСТ 4109—64.

Бутиловый эфир уксусной кислоты по ГОСТ 5.1145—71.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—72.

Порошок угольный марки ОСЧ-7—4.

Натрий хлористый марки ОСЧ 6—4.

Кадмий марки Кд-000 по ГОСТ 22860—77.

Таллий по ГОСТ 18337—73.

Коллектор угольный, содержащий 2,0% хлористого натрия, приготовленный путем накапывания раствора хлористого натрия на угольный порошок и высушивания под инфракрасной лампой.

Электроды угольные диаметром 6 мм с размером кратера 4×3 мм и контрэлектроды длиной 30—50 мм, один конец заточен на усеченный конус с площадкой приблизительно 1,5 мм.

Фотопластинки спектрографические типа П или типа ЭС по ГОСТ 10691.1—73.

Проявитель метолгидрохиноновый. Время проявления фотопластинок 4—5 мин при температуре проявителя 18—20°C.

Фиксаж кислый.

Образцы для построения градуировочного графика. Основой для приготовления образцов служит угольный порошок. Основной образец, содержащий 0,03% таллия, готовят накапыванием раствора таллия на угольный порошок и высушиванием его под инфракрасной лампой. Первый градуировочный образец для построения градуировочного графика получают разбавлением основного в 10 раз разбавителем (разбавитель — угольный порошок, содержащий 0,5% кадмия и 2,0% хлористого натрия). Последовательным разбавлением каждого вновь полученного образца разбавителем в три раза готовят серию градуировочных образцов с массовой долей таллия: $1 \cdot 10^{-4}$; $3 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-3}$; $3 \cdot 10^{-3}$; $1 \cdot 10^{-2}$ %.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Кусочек металлического кадмия массой 1,0 г выдерживают в растворе аммиака до полного растворения окисной пленки, промы-

вают дважды водой, переносят во фторопластовую чашку вместимостью 50 мл и растворяют в 10 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1. Полученный раствор кипятят до удаления окислов азота (до объема 5 мл), добавляют 5 мл воды и еще раз выпаривают до 5 мл. Затем в чашку вносят 5 мл воды, 5 мл концентрированной бромистоводородной кислоты и 1—2 капли брома. Смесь встряхивают в течение 2 мин, а затем оставляют на 2 мин для окисления одновалентного таллия до трехвалентного. Приготовленный раствор переносят в делительную воронку. Чашку обмывают 5 мл воды. Добавляют в делительную воронку 20 мл бутилацетата и встряхивают 2 мин. После расслаивания (2,0 мин) водный слой отбрасывают, а в органический добавляют 5 мл 1 н. бромистоводородной кислоты.

Полное расслаивание наступает через 3—4 мин. Органический слой переносят во фторопластовую чашку, туда же добавляют 50 мг угольного коллектора и высушивают под инфракрасной лампой. Полученный концентрат перемешивают и передают на спектральный анализ. Разложение пробы, окисление таллия и выпаривание концентрата следует проводить во фторопластовой посуде, чтобы исключить сорбцию таллия на стекле.

Для спектрографирования градуировочные образцы и полученные концентраты по 20 мг помещают в кратеры угольных электродов. Спектры фотографируют на кварцевом спектрографе при силе тока 16 А на спектрографических фотопластинках типа П или ЭС. Время экспонирования 15 с. Ширина щели спектрографа 0,02—0,025 мм.

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

На фотопластинку фотографируют градуировочные образцы по три раза, а каждый полученный концентрат по два раза.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернения линии таллия ТlI 276,7 нм и близлежащего фона справа от линии. Градуировочные графики строят в координатах $\Delta S - \lg C$, где $\Delta S = S_{\text{л}} - S_{\text{ф}}$; C — концентрация таллия в градуировочных образцах.

По градуировочным графикам находят содержание таллия в концентрате ($C_{\text{к}}$). Для определения содержания таллия в пробе ($C_{\text{п}}$) необходимо полученный по графику результат разделить на 20:

$$C_{\text{п}} = \frac{C_{\text{к}} \cdot 50}{1000}.$$

Для построения градуировочных графиков допускается использовать полугарифмическую бумагу.

Коэффициент вариации не должен превышать 10%.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений, полученных на двух фотопластинках.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами четырех параллельных определений, рассчитанные при доверительной вероятности $P=0,95$, не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля таллия, %		Абсолютные допускаемые расхождения, %
От $5 \cdot 10^{-6}$	до $1 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-6}$
Св. $1 \cdot 10^{-5}$	» $5 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-6}$
» $5 \cdot 10^{-5}$	» $1 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-5}$
» $1 \cdot 10^{-4}$	» $5 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^{-5}$

Изменение № 1 ГОСТ 23116.5—78 Кадмий высокой чистоты. Химико-спектральный метод определения таллия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.12.83 № 6502 срок введения установлен

с 01.07.84

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1721.

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения и слова: мл на м³, «угольный порошок» на «графит порошок».

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 23116.0—83».

Раздел 2. Заменить ссылки: ГОСТ 306—76 на ГОСТ 14919—83, ГОСТ 770—74 на ГОСТ 12738—77, ГОСТ 2062—67 на ГОСТ 2062—77, ГОСТ 109—64 на ГОСТ 4109—79, ГОСТ 5.1145—71 на ГОСТ 22300—76, ГОСТ 8337—73 на ГОСТ 18337—80;

восемнадцатый и девятнадцатый абзацы изложить в новой редакции: Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78 и раствор 1:1;

Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147—80;

двадцать четвертый абзац изложить в новой редакции: «Графит порошок особой чистоты по ГОСТ 23463—79 или полученный из угольных электродов особой чистоты»;

двадцать восьмой абзац. Заменить слова: «Коллектор угольный» на «Коллектор графитовый»;

тридцатый абзац. Исключить слова: «по ГОСТ 10691.1—73»;

тридцать первый и тридцать второй абзацы исключить.

Раздел 3. Второй абзац. Заменить слова: «50 мг угольного коллектора» на «50 мг графитового коллектора».

Пункт 4.1. Заменить слова: «Коэффициент вариации не должен превышать 10 %» на «Относительное среднее квадратическое отклонение равно 0,10»;

пятый абзац дополнить словами: «если выполняется условие разд. 2 ГОСТ 23116.0—83».

Пункт 4.2 исключить.

(ИУС № 4 1984 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 23116.5—78 Кадмий высокой чистоты. Химико-спектральный метод определения таллия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.12.88 № 4127

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта заменить код: ОКСТУ 1721 на ОКСТУ 1709. По всему тексту стандарта заменить слова: «Образцы для построения градуировочного графика» и «градуировочные образцы» на «образцы сравнения».

Раздел 2. Третий абзац. Исключить слово: «нерегистрирующий»; шестой абзац дополнить словами: «с погрешностью взвешивания не более 0,001 г»;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г»;

десятый абзац дополнить словами: «типа ПНО-250—2»;

восемнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84;

двадцатый абзац. Заменить слова: «1 н. раствор» на «раствор с молярной концентрацией 1 моль/дм³»;

двадцать третий абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87;

двадцать пятый абзац. Заменить значение: ОСЧ-6—4 на «особой чистоты»;

двадцать девятый абзац. Заменить слово: «приблизительно» на «диаметром».

Раздел 3. Первый абзац. Заменить слова: «5 мл 1 н. бромистоводородной кислоты» на «5 см³ раствора бромистоводородной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³».

Пункт 4.1. Четвертый абзац исключить;

пятый абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений (каждое определение из двух спектрограмм).

Разность двух результатов параллельных определений с доверительной вероятностью $P=0,95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения (d_n), вычисленного по формуле

$$d_n = 0,3\bar{x},$$

где \bar{x} — среднее арифметическое двух сопоставимых результатов параллельных определений.

Разность двух результатов анализа одной и той же пробы с доверительной вероятностью $P=0,95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения (d_a), вычисленного по формуле

$$d_a = 0,4\bar{y},$$

где \bar{y} — среднее арифметическое двух сопоставимых результатов анализа».

СО Д Е Р Ж А Н И Е

ГОСТ 23116.1—78	Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения алюминия, висмута, железа, индия, кобальта, меди, марганца, мышьяка, никеля, олова, свинца, сурьмы и серебра	12 1
ГОСТ 23116.2—78	Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения ртути	5 10
ГОСТ 23116.3—78	Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения железа, меди, никеля, олова и свинца	13 6
ГОСТ 23116.4—78	Кадмий высокой чистоты. Метод спектрографического определения цинка	17 5
ГОСТ 23116.5—78	Кадмий высокой чистоты. Химико-спектральный метод определения таллия	20 6

Редактор *И. В. Виноградская*
 Технический редактор *В. Н. Прусакова*
 Корректор *С. М. Гофман*

Сдано в набор 20.06.78 Подп. в печ. 11.03.78. 1,5 п. л. 1,63 уч. -изд. л. Тир. 12000 Цена 10 коп.
 Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
 Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1675