

# ТАЛЛИЙ

## МЕТОД СПЕКТРАЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ РТУТИ

Издание официальное

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й     С Т А Н Д А Р Т****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  $4 \times 10$  мм.

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

Фотопластинки «спектрографические» типа П.

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

**П р и м е ч а н и е.** 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 гидроксида 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 набивкой 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  $\lg(I_{\text{л}} + I_{\text{ф}})$  и логарифмы интенсивности фона  $\lg I_{\text{ф}}$ . Затем находят  $I_{\text{л}} = (I_{\text{л}} + I_{\text{ф}}) - I_{\text{ф}}$ . Градуировочные графики строят, откладывая на оси ординат значения логарифма интенсивности линии ртути ( $\lg I_{\text{л}}$ ), 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 ( $P = 0,95$ ).

**С. 3 ГОСТ 20997.1—81**

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. Кабацова*  
 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